



Universidade de Aveiro Departamento de Engenharia de Materiais e
2014 Cerâmica (DEMaC)

**Marta Raquel
Silva Carvalhosa**

**Heterogeneidades em Ligas de Alumínio da Série
6xxx**



Universidade de Aveiro Departamento de Engenharia de Materiais e
2014 Cerâmica (DEMaC)

**Marta Raquel
Silva Carvalhosa**

Heterogeneidades em Ligas de Alumínio da Série 6xxx

Dissertação apresentada à Universidade de Aveiro para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia de Materiais, realizada sob a orientação científica do Doutor Fernando Manuel Bico Marques, Professor catedrático da Universidade de Aveiro e co-orientação do Doutor Augusto Luís Barros Lopes, Professor auxiliar do Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica (DEMaC) da Universidade de Aveiro.

O júri

Presidente

Prof^a. Doutora Ana Maria Bastos da Costa Segadães
Professora Associada com Agregação da Universidade de Aveiro

Vogais

Prof. Doutor Fernando Manuel Bico Marques
Professor Catedrático da Universidade da Aveiro

Doutor Rogério Paulo Alves Lopes
Diretor da Duritcast

Agradecimentos

Em primeiro lugar, gostaria de agradecer à empresa Extrusal pela oportunidade de trabalho facultada, em especial à Eng.^a Margarida Martins pela sua disponibilidade e auxílio prestados.

Aos meus orientadores Professor Dr. Fernando Manuel Bico Marques e Professor Dr. Augusto Luís Barros Lopes o meu agradecimento por todo o apoio, paciência, disponibilidade e dedicação prestados durante todo este período.

Aos meus avós pelo incentivo e carinho demonstrado, pois sem eles nada seria possível e concretizável.

Aos meus pais pelos conselhos e por contribuírem para que este sonho se realizasse.

Aos meus irmãos pelo carinho e paciência em fases menos positivas.

Aos meus amigos que sempre me apoiaram e nunca me deixaram desistir.

Um especial agradecimento à Margarida Mineiro pelo carinho e amizade ao longo do nosso percurso académico.

Por fim, gostaria de agradecer à Administração da empresa Cifial pela flexibilidade de horário que permitiu concluir a minha dissertação, e aos colaboradores pelo incentivo à conclusão desta etapa da minha vida.

Palavras-chave

Ligas de alumínio, Extrusão; Tratamento térmico; Heterogeneidades.

Resumo

O presente trabalho teve como principal objetivo o estudo da homogeneidade de billetes de ligas de alumínio das séries 6060, 6061, 6063 e 6082, usadas pela empresa Extrusal. O estudo foi realizado sobre amostras recebidas de diferentes fornecedores, recorrendo a ensaios de microdureza de Vickers e análise microestrutural por microscopia eletrónica de varrimento (SEM) e microscopia eletrónica de transmissão (TEM). Relativamente a trabalhos anteriores sobre materiais semelhantes, conseguiu-se melhorar de forma substancial a preparação de amostras para observação microestrutural, o que se saldou no acesso a detalhes de informação até agora inacessíveis.

Inicialmente foi dada especial atenção a defeitos em billetes. Observaram-se pela primeira vez defeitos tipo camada de refusão e/ou segregação inversa num bilete da série 6061. Para um bilete da liga 6082 encontraram-se diferenças microestruturais compatíveis com os defeitos referidos anteriormente, mas menos óbvias. Nas restantes ligas não se encontrou evidência para este tipo de defeitos.

A presença de segundas fases (principalmente de AlFeSi), normalmente com a forma de partículas alongadas presentes nas fronteiras de grão da matriz de Al, é evidente na generalidade dos materiais antes da extrusão, sugerindo homogeneização incompleta. Nos casos agora estudados foi confirmado o arredondamento destes precipitados quer por tratamento térmico simples quer por efeito termomecânico durante a extrusão.

Foi também identificada a presença de precipitados no interior dos grãos em algumas ligas, o que permite sugerir estar-se na presença de diferentes condições iniciais de homogeneização. Contudo, não se detetou a presença de precipitados de Mg_2Si , o que permite admitir que as ligas se encontram em condições adequadas para o posterior endurecimento por envelhecimento artificial.

Em geral, as posições próximas da face exterior dos billetes apresentaram durezas ligeiramente inferiores ao interior do bilete, por efeito provável das diferentes velocidades de arrefecimento das distintas regiões do bilete, quando do seu fabrico.

Simulou-se ainda um percurso térmico para testar a influência do tempo e da temperatura (na espera que antecede o acesso do bilete ao processo de extrusão) nas propriedades do perfil extrudido. Através da análise das microestruturas e da dureza de algumas amostras verificou-se que diferentes ligas evidenciam sensibilidades diferentes em relação a esta espera.

Globalmente, nenhuma liga exibiu evidência de condicionantes sérias relativamente à eficácia dos processos padrão de extrusão e envelhecimento artificial.

Keywords

Aluminium alloys; Extrusion; Heat treatment; Heterogeneities.

Abstract

The goal of the present work was to study the homogeneity of billets from aluminum alloys of series 6060, 6061, 6063 and 6082, used by the company Extrusal. This study was conducted on samples received from different suppliers, using Vickers microhardness tests and microstructural analysis by scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM). With respect to previous work on similar materials it was possible to substantially improve the preparation of samples for microstructural observation, which resulted in accessing details yet undisclosed.

Initially, attention was given to defects in billets. A re-melted and/or inverse segregation layer was observed for the first time in a billet from series 6061. Alike microstructural differences were also found in a billet of series 6082, coherent with this type of defects, but not as clear. There were no similar findings in the remaining billets.

The presence of secondary phases (mostly AlFeSi), usually consisting of elongated particles along the grain boundaries in the aluminum matrix, was evident in most materials before processing, suggesting incomplete homogenization. In the present study, due to simple thermal treatment or combined thermomechanical treatment during extrusion, a clear rounding of these particles could be noticed.

Small particles of secondary phases were also found within the grains of some alloys, suggesting distinct homogenization conditions in distinct alloys. However, there was no evidence for the presence of Mg_2Si precipitates, which means that these alloys are presumably in adequate conditions to proceed to artificial ageing with hardening.

In general, the billets hardness close to the outer surface was slightly lower than in the interior of the billet, as a likely consequence of distinct cooling rates while forming the billet.

Simulated thermal routes were tested in order to check the influence of the billet waiting time and temperature before extrusion on the properties of the extruded profile. Through the analysis of microstructures and hardness of these samples it was found that different alloys show different sensitivities to this waiting period.

In general, none of the alloys exhibited any evidence for constraining factors inhibiting the efficacy of the standard extrusion and artificial ageing processes.

Índice

Índice de símbolos e abreviaturas	lii
1 – Preâmbulo	1
2 – Introdução	3
2.1. O alumínio	3
2.1.1. O alumínio puro	3
2.1.2. Ligas de alumínio	4
2.1.2.1. Nomenclatura das ligas de alumínio	5
2.1.2.2. Nomenclatura dos tratamentos térmicos das ligas de alumínio	5
2.1.2.3. Série 6xxx	7
2.1.2.3.1. Diagrama de fases Al-Mg ₂ Si	7
2.1.3. Produção de biletos de alumínio	8
2.2. Tratamentos térmicos das ligas de alumínio	12
2.2.1. Homogeneização	13
2.2.2. Endurecimento das ligas de alumínio	14
2.2.3. Endurecimento nas ligas da série 6xxx	15
2.2.3.1. Solubilização	15
2.2.3.2. Têmpera	15
2.2.3.3. Envelhecimento natural e artificial	15
2.2.3.4. Sequência de precipitados	17
2.2.4. Processo de extrusão	17
2.2.5. Processo industrial da Extrusal	18
2.3. Bibliografia	19
3 – Procedimento experimental	21
3.1. Características e processamento das ligas	21
3.1.1. Estudo da homogeneização dos biletos	22
3.1.2. Estudo do efeito do tempo de espera no acesso à extrusora nas propriedades das ligas	23
3.1.3. Estudo do perfil extrudido.	31
3.2. Ensaio mecânicos	24
3.2.1. Ensaio de microdureza de Vickers	25
3.3. Análise microestrutural	26
3.3.1. Microscopia eletrônica de varrimento (SEM)	26
3.3.1.1. Preparação das amostras para SEM	27
3.3.2. Microscopia eletrônica de transmissão (TEM)	28
3.3.2.1. Preparação das amostras para TEM	28
3.4. Bibliografia	28
4 – Resultados e discussão	29
4.1. Caracterização dos materiais iniciais.	29

4.1.1. Caraterização microestrutural	29
4.1.2. Caraterização mecânica	37
4.2. Caraterização do material após tratamento térmico	39
4.2.1. Caraterização mecânica	40
4.2.2. Caraterização microestrutural	42
4.3. Estudo do perfil extrudido.	46
5 - Conclusões e propostas de trabalhos futuros	48
Anexos	53

Índice de símbolos **e abreviaturas**

$A_{\text{indentação}}$ - área de indentação num ensaio de microdureza de Vickers

d, d_1, d_2 - d é a média dos comprimentos das diagonais d_1 e d_2 , da impressão de indentação, num ensaio de microdureza de Vickers, todos expressos em mm

EDS – do inglês *Energy Dispersive Spectroscopy*

F_t - carga aplicada num ensaio de microdureza de Vickers, expressa em kgf

GP - Guinier-Preston

HV - dureza num ensaio de microdureza de Vickers

nxxx - designação genérica de um conjunto de ligas de Al da série n, em que os diferentes valores de n (entre 1 e 9) correspondem a ligas com distintos elementos de liga

SEM - do inglês *Scanning Electron Microscopy*

TEM - do inglês *Transmission Electron Microscopy*

TT - tratamento térmico

TTT - diagramas tempo-temperatura-transformação

Capítulo 1

Preâmbulo

Este trabalho teve como objetivo central a caracterização do grau de homogeneidade e do efeito do tempo de espera do bilete pré-aquecido antes da etapa de extrusão de ligas de alumínio usadas pela empresa Extrusal. Estas ligas foram estudadas principalmente na condição de fornecimento à empresa, embora em termos complementares se tenham também explorado alguns efeitos complementares, detalhados abaixo. Neste preâmbulo faz-se uma apresentação geral da organização da tese e sumário do conteúdo dos diferentes capítulos.

Num capítulo inicial proceder-se-á a uma breve apresentação geral do alumínio e suas ligas enquanto materiais de grande uso a nível mundial. Proceder-se-á ainda a uma apresentação em maior detalhe dos aspectos relacionados com as tecnologias de produção de ligas de alumínio, nomeadamente a fase de produção de biletas, incluindo potenciais origens de defeitos. Seguidamente analisar-se-ão as condições a observar em tratamentos térmicos de endurecimento por envelhecimento artificial de ligas de alumínio. No final apresentar-se-á de forma resumida o tipo de tecnologia existente na Extrusal, bem como os objetivos do presente trabalho e sua relação com a informação apresentada.

No capítulo seguinte, dedicado à realização experimental, será feita uma apresentação detalhada das ligas e ensaios usados neste trabalho. Como se referiu anteriormente, as ligas foram fornecidas pela empresa Extrusal, sendo que alguma da informação sobre as mesmas (fornecedor) e processamento (condições de extrusão) será mantida como confidencial. Como se depreenderá dos resultados e discussão, a reserva relativa a alguma informação não prejudica a compreensão do trabalho agora apresentado.

Numa primeira fase foram realizados ensaios de análise de homogeneidade de ligas de diferentes fornecedores. As amostras foram sujeitas a medição de valores de microdureza de Vickers (HV) e análise microestrutural por microscopia eletrónica de varrimento (SEM) e transmissão (TEM). Antes de serem analisadas por SEM, as amostras foram submetidas a polimento eletrolítico da superfície, numa tentativa bem-sucedida de melhorar as condições de análise testadas em anteriores trabalhos.

Ainda relativamente a estas ligas foi efetuado um outro estudo utilizando vários ciclos de temperatura, com o intuito de se testar a hipótese de alteração do estado inicial de homogeneização do bilete na fase de espera antes da extrusão. Esta preocupação decorreu da eventualidade de distintos períodos de espera a alta temperatura (após pré-aquecimento do bilete), decorrentes de diferentes velocidades de extrusão, poderem configurar um tratamento térmico involuntário, favorecendo a formação não controlada de precipitados envolvendo elementos de liga. Estes precipitados, potencialmente insusceptíveis de solubilização durante o curto período de exposição a maior temperatura durante a fase de extrusão, poderiam assim condicionar o posterior processo de envelhecimento artificial.

No capítulo seguinte procede-se à apresentação e discussão dos principais resultados obtidos. Seguindo uma lógica coerente com a sequência do trabalho experimental, apresentar-se-ão primeiramente os resultados da caracterização da homogeneidade de biletes na condição de fornecimento à Extrusal. O estudo destes biletes iniciou-se com uma análise microestrutural, seguindo-se a medição da dureza ao longo do diâmetro dos biletes. Numa segunda fase do trabalho experimental introduziram-se ensaios laboratoriais tendo em vista a avaliação da importância do percurso térmico no desenvolvimento microestrutural e propriedades do extrudido à saída do processo de extrusão. Recorde-se que embora o tratamento térmico fosse efetuado numa situação prévia à extrusão, todas estas amostras foram sujeitas a um pico de temperatura semelhante ao que verificariam durante a extrusão. Procura-se em todos os casos uma relação lógica entre microestrutura e dureza dos materiais ensaiados.

O capítulo final tenta sumariar as principais conclusões e propostas de trabalho futuro. As limitações de tempo e a multiplicidade de ligas e condições impediram a obtenção de respostas concretas em relação a algumas questões, mas deixa um cenário claro para um conjunto de hipóteses de continuação deste estudo.

Capítulo 2

Introdução

No presente capítulo proceder-se-á a uma breve apresentação geral do alumínio e suas ligas enquanto materiais de largo uso a nível mundial. Proceder-se-á ainda a uma apresentação em maior detalhe dos aspectos relacionados com as tecnologias de produção de ligas de alumínio, nomeadamente a fase de produção de biletas, incluindo potenciais origens de defeitos. Seguidamente analisar-se-ão as condições a observar em tratamentos térmicos de endurecimento por envelhecimento artificial de ligas de alumínio. No final apresentar-se-á de forma resumida o tipo de tecnologia existente na Extrusão, bem como os objetivos do presente trabalho e sua relação com a informação apresentada.

2.1. O alumínio

O alumínio (Al) é um dos metais não ferrosos mais abundantes da crosta terrestre, sendo um dos elementos com maior consumo mundial, de cerca de 24 milhões de toneladas por ano [1]. Contudo, este metal não aparece isolado na natureza mas sim combinado com outros elementos (como o ferro, o oxigénio e o silício) sob a forma de bauxite. Para se separar o alumínio desses elementos utiliza-se geralmente o processo Bayer que inclui três estágios: extração, precipitação e calcinação. Todavia, o uso de alumínio puro é pouco comum, sendo mais usual a utilização de ligas de alumínio resultantes da adição de outros elementos. Devido à boa relação características-preço, estas ligas são utilizadas em muitas aplicações em substituição de outros materiais como o aço [2].

2.1.1. O alumínio puro

O alumínio puro comercial apresenta um baixo teor (inferior a 1%) de impurezas, como o ferro e o silício. É um metal com uma reduzida densidade (2,7) quando comparado com outros materiais, não apresenta toxicidade, não é magnético, e é reciclável. Possui outras características relevantes como uma reduzida temperatura de fusão, resistência à corrosão e elevada condutividade térmica e elétrica. Este material é

facilmente conformado e apresenta ainda uma grande aptidão para formação de ligas com propriedades diferentes [3].

2.1.2. Ligas de alumínio

O termo liga de alumínio aplica-se a uma mistura do alumínio com um ou mais elementos (denominados elementos de liga) que afetam propriedades deste metal, como a tensão de cedência, dureza ou mesmo fluidez no estado líquido, e permitem a sua utilização numa grande variedade de aplicações, de que se destacam os transportes, construção e embalagem (Figura 2.1).

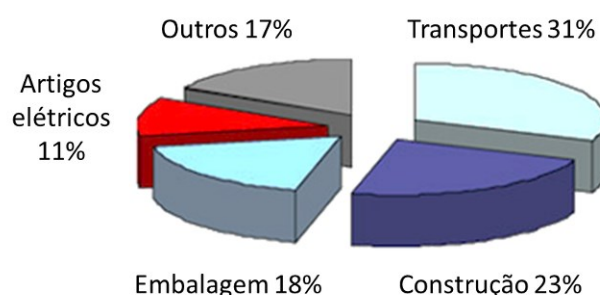


Figura 2.1 - Consumo do alumínio e suas ligas em diferentes aplicações [4].

As ligas de alumínio podem ser divididas em duas categorias: ligas para fundição e ligas para trabalho mecânico. Neste trabalho serão apenas estudadas as ligas para trabalho mecânico, que se subdividem em ligas para tratamento térmico (cujas propriedades podem ser significativamente alteradas por tratamento térmico) e ligas não tratáveis termicamente (cujas propriedades não são significativamente alteradas por tratamento térmico).

As principais ligas de alumínio encontram-se listadas na Tabela 2.1. Nas séries de ligas não tratáveis termicamente, identificadas como 1xxx, 3xxx e 4xxx (a justificação para a identificação das ligas através de uma sequência de quatro algarismos tipo xxxx será feita na próxima secção), a resistência mecânica é inicialmente o resultado do efeito endurecedor dos elementos de liga, sendo que um aumento adicional da resistência mecânica será conseguido através do trabalho mecânico a frio. As ligas tratáveis termicamente podem sofrer operações de aquecimento e arrefecimento que vão permitir melhorar as propriedades mecânicas. As principais séries destas ligas são a 2xxx, 6xxx, 7xxx e algumas ligas de série 8xxx.

A série 2xxx apresenta algumas aplicações na indústria automóvel, em painéis interiores e exteriores de carroçaria e também em alguns elementos estruturais. A série 7xxx é utilizada também nestes elementos e, ainda, em componentes de condensadores

e radiadores. A série 6xxx (estudada neste trabalho) apresenta algumas aplicações estruturais (janelas e portas) e na indústria automóvel e aeronáutica [5].

Tabela 2.1: Correspondência entre as séries de ligas de alumínio para trabalho mecânico e respetivos elementos de liga [2].

Série	Principal(is) elemento(s) de liga	Termicamente tratáveis
1xxx	Alumínio puro	
2xxx	Cu	X
3xxx	Mn	
4xxx	Si	
5xxx	Mg	
6xxx	Mg, Si	X
7xxx	Zn	X
8xxx	Sn, Li, Fe, Cu, Mg	X
9xxx	Série livre	

2.1.2.1. Nomenclatura das ligas de alumínio

A classificação das ligas de alumínio é feita de acordo com os elementos em maior concentração na sua composição. Nas ligas para trabalho mecânico existem oito séries diferentes, sendo que cada série é identificada por quatro dígitos, onde o primeiro dígito diferencia os principais elementos de liga (Tabela 2.1). O segundo algarismo indica se existem eventuais modificações ou o grau de pureza da liga, sendo que os restantes dígitos identificam a liga de alumínio incluindo a composição [2].

As principais ligas escolhidas para objeto de estudo neste trabalho são a liga 6060, a 6061, a 6063 e a 6082, que apresentam como principais elementos de liga o magnésio (Mg) e o silício (Si).

2.1.2.2. Nomenclatura dos tratamentos térmicos das ligas de alumínio

A classificação de uma liga de alumínio só se encontra concluída com a indicação da sua condição metalúrgica. Na Tabela 2.2 estão representadas as condições metalúrgicas das ligas de alumínio que se utilizam para fundição e para trabalho mecânico.

Neste trabalho serão estudadas algumas ligas modificadas por tratamento térmico de envelhecimento, isto é, na condição T. Este estado metalúrgico divide-se geralmente

em 10 subestados, (de T1 a T10), que indicam a sequência dos tratamentos térmicos que a liga sofreu, nomeadamente [6]:

Tabela 2.2: Designação das condições metalúrgicas das ligas de alumínio [5].

Letra	Designação metalúrgica
"F"	Bruto de fabrico
"O"	Recozido
"H"	Encruado
"W"	Solubilizado
"T"	Tratado termicamente para obter um estado estável diferente de F, O, ou H

Estado T1 significa que a liga foi arrefecida desde uma temperatura elevada, e submetida a um envelhecimento natural até obtenção de um estado estável.

Estado T2 traduz que a liga sofreu um arrefecimento desde uma temperatura elevada, e deformada a frio e submetida a envelhecimento natural até um estado estável.

Estado T3 corresponde ao estado solubilizado, seguido de trabalho a frio e envelhecimento natural até um estado estável.

Estado T4 corresponde ao estado solubilizado, seguido de um envelhecimento natural até à obtenção um estado praticamente estável.

Estado T5 significa que a liga sofreu uma têmpera desde uma temperatura elevada e, posteriormente, um envelhecimento artificial.

Estado T6 corresponde a um estado solubilizado, seguido de envelhecimento artificial no interior do forno.

Estado T7 corresponde a um estado solubilizado seguido de sobre-envelhecimento.

Estado T8 corresponde a um estado solubilizado, seguido de um trabalho a frio e um envelhecimento artificial.

Estado T9 corresponde a um estado solubilizado, seguido de um envelhecimento artificial e de um trabalho a frio.

Estado T10 traduz que a liga sofreu um arrefecimento desde uma temperatura elevada posterior trabalho a frio e envelhecimento artificial.

2.1.2.3. Série 6xxx

As ligas de alumínio da série 6xxx apresentam um elevado interesse industrial em aplicações estruturais pois as propriedades finais destas ligas podem ser otimizadas através de tratamento térmico.

Estas ligas apresentam na sua composição silício e magnésio como os principais componentes de liga. Estes, combinados, formam um composto intermédio (Mg_2Si), normalmente sob a forma de finos precipitados que provocam o endurecimento da liga, ou seja, aumenta a sua resistência mecânica. Outros elementos geralmente presentes nestas ligas, embora em quantidades reduzidas, são o manganês (Mn), crómio (Cr), cobre (Cu), ferro (Fe), zinco (Zn) e o titânio (Ti).

Os elementos de liga influenciam de modo distinto algumas propriedades da liga [9]:

Magnésio – Diminui a extrudibilidade e aumenta a pressão máxima de extrusão. A sensibilidade à têmpera aumenta e a ductilidade e tenacidade diminuem.

Silício – O silício quando se encontra na liga em excesso baixa a extrudibilidade, contudo menos que o magnésio. É um excelente endurecedor para valores acima dos 0,4 %.

Ferro – Este elemento possui um efeito negativo na extrudibilidade, na tenacidade e na sensibilidade à têmpera para a resistência da liga. No processo de homogeneização deve-se ter em conta que o ferro é prejudicial nos acabamentos de superfícies, minimizando esta possibilidade.

Cobre – O cobre aparece em concentrações baixas de liga, cerca de 0,1 %, tendo pouco efeito na extrudibilidade e nas restantes propriedades.

2.1.2.3.1. Diagrama de fases Al- Mg_2Si

Com o intuito de analisar as fases termodinamicamente estáveis de um sistema, é usualmente utilizada uma representação gráfica da (co)existência dessas mesmas fases a diferentes temperaturas e pressões (frequentemente à pressão ambiente), em função da composição, denominada de diagrama de fases. Estes diagramas constituem um importante guia para a definição das condições de tratamento térmico.

O diagrama de fases pseudobinário Al- Mg_2Si encontra-se representado na Figura 2.2 [8]. Embora seja normalmente considerado que este diagrama apresenta um ponto eutético a 594 °C e 13,9% (em peso) de Mg_2Si , na realidade este eutético não se encontra na linha Al- Mg_2Si do diagrama ternário Al-Mg-Si mas antes do lado rico em Mg desta linha [9].

A solubilidade do Mg_2Si na estrutura do alumínio é de 1,91% a uma temperatura de 583,5 °C [6]. Com a diminuição da temperatura, a solubilidade do Mg e do Si diminui, conduzindo à precipitação da fase Mg_2Si , o que torna esta liga suscetível de endurecimento por precipitação (tratamento térmico de envelhecimento).

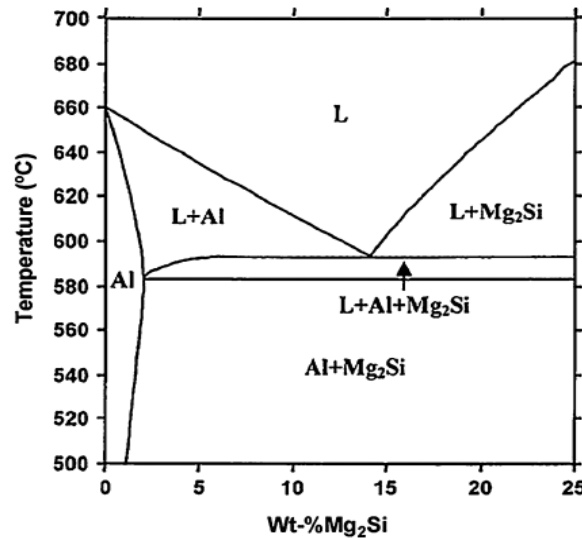


Figura 2.2 - Diagrama de fases pseudobinário Al- Mg_2Si [8].

O silício disponível para se combinar com o magnésio para formação do composto intermédio Mg_2Si depende da quantidade de Mn e Fe que se encontram presentes na liga, uma vez que estes dois elementos têm maior tendência para se ligar com o silício do que com o magnésio (e.g., como AlFeSi). Consequentemente, a percentagem de silício disponível para a formação de Mg_2Si depende do teor em Fe e Mn, podendo ser calculada, de uma forma aproximada, pela seguinte equação [10]:

$$\text{Si disponível} = \% \text{Si} - \frac{1}{4}(\% \text{Fe} + \% \text{Mn}) \quad (\text{Equação 1})$$

Como se pode observar pela equação anterior, quanto maior o teor em ferro e manganês menor o silício disponível. Para contrariar esse efeito é necessário aumentar a percentagem de silício na liga, de forma a se obter silício disponível para se ligar ao magnésio e formar Mg_2Si .

2.1.3. Produção de biletos de alumínio

O principal método de produção de biletos de alumínio para extrusão é o vazamento direto [11]. Esta tecnologia, estabelecida em 1930, tem como principal desafio a produção de biletos com elevada qualidade (mínimo de defeitos, ausência de fases indesejáveis e elevada extrudibilidade). Contudo, o processo ainda apresenta limitações no que diz respeito ao aparecimento de defeitos no bilete.

Neste processo, o alumínio fundido é vazado para um molde arrefecido com água que se encontra inicialmente fechado por um bloco (Figura 2.3). O metal ao entrar em contacto com o molde arrefece e começa a solidificar perto das paredes do mesmo, formando uma cápsula sólida. Quando o bilette desce abaixo do molde é diretamente pulverizado com água, pois o seu interior ainda não se encontra totalmente sólido [12-13].

Em geral, o molde deve possuir um sistema de arrefecimento em que a água fria entra primeiramente em contacto com as paredes do mesmo e posteriormente com a superfície do bilette. O molde deve apresentar elevada condutividade térmica. A superfície do líquido deve ser mantida a uma distância de 5 cm da parte inferior do molde (Figura 2.3).

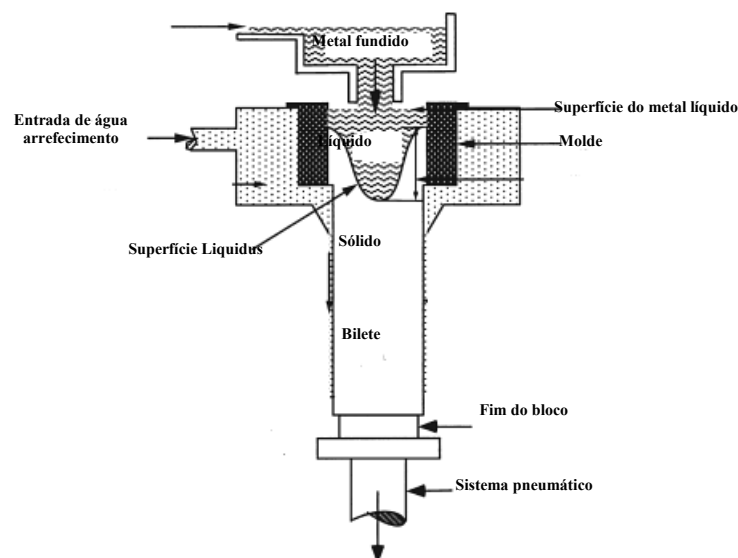


Figura 2.3: Esquema ilustrativo de produção de bilettes [13].

Apesar da simplicidade deste método, podem ocorrer alguns defeitos nos bilettes devido a arrefecimentos irregulares em diferentes regiões, que provocam tensões térmicas que podem induzir fendas e microsegregações. A velocidade de solidificação durante o arrefecimento tende a ser mais rápida na superfície do bilette, diminuindo em direção ao centro do lingote [11,14].

Entre os defeitos originados na produção de bilettes destacam-se as fissuras, as segregações, a camada de refusão, o enrugamento e a porosidade, brevemente descritos nos próximos parágrafos.

Fissuras – Durante o processo de solidificação, a superfície do bilette arrefece mais rapidamente do que o seu interior devido à projeção de água. A camada superficial e o

interior do bilete tendem a contrair com velocidades diferentes. As tensões geradas podem provocar fissuras (Figura 2.4). Este defeito tende a ser minimizado quando o arrefecimento é mais lento [13].

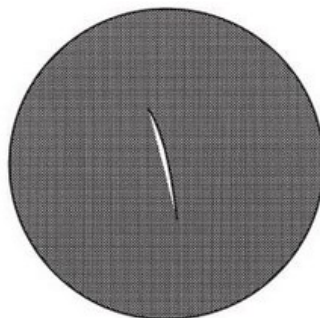


Figura 2.4: Ilustração de uma fissura no centro de um bilete [12].

Segregação - A principal razão para a ocorrência de defeitos associados à segregação é a repartição variada dos elementos de soluto entre as fases líquida e sólida, durante o processo de solidificação. A fase líquida enriquece substancialmente em elementos de soluto durante a solidificação contrariamente ao verificado com a fase sólida, como se pode concluir da análise do diagrama de fases.

A macrossegregação é uma distribuição heterogênea de elementos numa escala macroscópica. A microsegregação aparece durante a solidificação (como a macrossegregação), mas pode ser eliminada por um processo de homogeneização, não afetando assim as propriedades do produto final [15].

Segregação inversa – O principal fator indutor da segregação inversa é a retração do metal durante o processo de solidificação. No processo de solidificação de ligas de alumínio, estas sofrem uma retração de cerca de 6 % [13]. Os elementos presentes no centro do bilete, que se encontram no estado líquido, são forçados a preencher os espaços vazios da camada exterior devido à pressão exercida em consequência da contração do alumínio (Figura 2.5). O metal líquido que atinge a superfície é rico em elementos de soluto [17].

Como se pode observar nas Figuras 2.5 e 2.6, a segregação inversa aparece na maioria das superfícies dos biletos extrudidos, sob a forma de uma camada superficial com 100-200 μm de espessura [13].

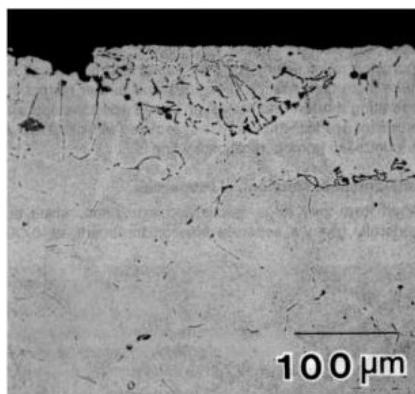


Figura 2.5: Exemplo de segregação inversa num bilete de liga 6063 [16].

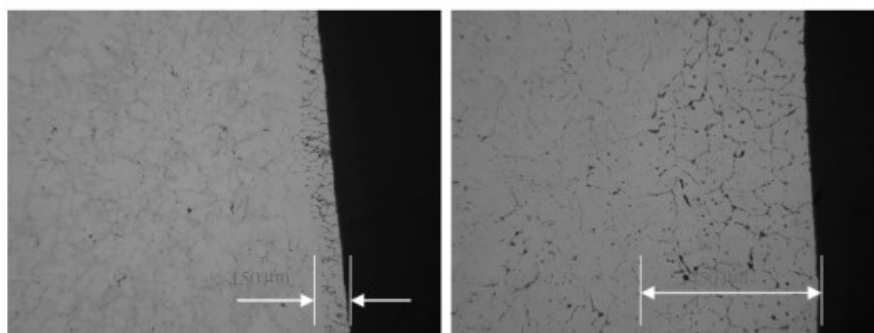


Figura 2.6: Exemplo de segregação inversa na extremidade de um bilete [18].

Camada de refusão – Esta camada resulta da refusão da camada fina solidificada do bilete. A retração desta camada externa solidificada do metal origina perda de contacto com o molde que promove o arrefecimento do fundido. Como o metal no interior se encontra líquido e a uma maior temperatura, este tem tendência a aquecer a camada externa que se encontra solidificada, fazendo com que ocorra a refusão da superfície do bilete.

As camadas de refusão e de segregação inversa coexistem numa mesma região externa do bilete, têm origem em processos complementares, originando aquilo que em inglês se designa de *“shell zone”*, ou zona de concha no que se pode descrever como tradução direta deste termo.

Ondulação da superfície – Na superfície do bilete desenvolve-se frequentemente uma ondulação cuja amplitude que pode variar entre 3 e 6 mm [13]. Este defeito ocorre devido às velocidades de vazamento serem relativamente lentas seguidas de um arrefecimento rápido. Este defeito pode ser reduzido se a lubrificação do molde for suficiente e as folgas de ar forem reduzidas [17-19].

Porosidade – A presença de poros é um dos principais defeitos no alumínio extrudido, podendo influenciar as propriedades mecânicas do bilette. A retração das ligas e a libertação de gases dissolvidos (como o hidrogénio) causam porosidade na liga. Na fase líquida, quando atingida a concentração crítica de hidrogénio molecular, podem-se formar bolhas no material fundido [20]. A presença de poros no centro do bilette tende a ser em maior quantidade do que em relação à superfície. Isto deve-se à presença de gases aprisionados nesta zona, situação que depende da composição da liga e da taxa de arrefecimento aplicada [21-22].

A temperatura, a velocidade de vazamento e o fluxo de água influenciam a eventual formação de defeitos nos bilettes nos termos brevemente descritos nos parágrafos seguintes.

Temperatura de vazamento – A temperatura para fundir o alumínio deve ser a menor possível, de modo a reduzir a libertação de gases e a formação de óxidos. Como se pode verificar na Tabela 2.3 abaixo, as temperaturas dependem do tipo de liga.

Tabela 2.3: Valores típicos de temperaturas de ligas de alumínio [13].

Tipo de liga	Temperatura liquidus, °C	Temperatura de vazamento, °C
Al, AlMn	660	688
AlMg, AlMgSi	650	680
AlCuMg, AlZnMgCu	640	670

Velocidade de vazamento – É uma das variáveis mais importantes no processo de vazamento de bilettes. Uma velocidade lenta pode provocar um desenvolvimento mais rápido da camada externa, provocando formação de porosidade. Para reduzir o aparecimento de segregações na superfície do bilette, a velocidade de vazamento deve ser maior, melhorando assim a estrutura do bilette e tornando-a mais homogénea [23].

Fluxo de água de arrefecimento - A temperatura e o fluxo de água devem ser ajustados de maneira a que a água molhe toda a superfície do lingote fundido, garantindo um arrefecimento mais uniforme possível [12].

2.2. Tratamentos térmicos das ligas de alumínio

Um tratamento térmico tem por objetivo melhorar as propriedades mecânicas, a microestrutura, ou o estado de tensão de um material. Neste capítulo é feita uma descrição dos tratamentos térmicos das ligas de alumínio, dando particular ênfase às ligas da série 6xxx.

2.2.1. Homogeneização

Após o processo de fundição de alumínio este apresenta heterogeneidades microestruturais [11]. O tratamento térmico de homogeneização permite obter um material uniforme onde estes defeitos podem ser parcial ou completamente eliminados. Os principais processos que ocorrem durante a homogeneização do bilete da liga 6xxx são a dissolução do composto intermédio Mg_2Si e a transformação de $\beta-AlFeSi$ em $\alpha-AlFeSi$.

As variáveis do processo de homogeneização, representadas na Tabela 2.4, dependem da composição da liga. A difusibilidade dos elementos de liga é outro fator que influencia a homogeneização e pode ser agrupada em três categorias:

Difusibilidade moderada – Cr, Mn, Ti, V e Zr

Difusibilidade elevada – Cu, Mg, Si e Zn

Difusibilidade muito reduzida – Fe

Tabela 2.4: Valores típicos de homogeneização de billetes de ligas de alumínio [11].

Ligas	Temperatura de homogeneização, °C	Tempo de espera, h
1060	560-580	6
1100	580-600	6
2014-2024	480-490	12
5052	550-560	12
5083,5086	520-540	12
5454,5456	330-560	12
6061	560-570	6-8
6063	560-580	6
6101	560-580	6
6463	560-580	6
7001	460-480	12
7073,7079	470-480	12

O processo de homogeneização inicia-se pelo aquecimento do bilete, a uma temperatura próxima da fusão, devendo manter-se a essa temperatura durante um certo período de tempo para um posterior arrefecimento. A uma temperatura elevada a difusão aumenta, diminuindo os gradientes de concentração dentro da liga.

A temperatura de homogeneização não deve ultrapassar a temperatura de fusão dos elementos e segundas fases, pois será prejudicial à microestrutura da liga. Quando o bilete é aquecido, ocorre a dissolução da fase Mg_2Si , assim como a eliminação parcial ou completa das microsegregações. Outra reação que ocorre é a transformação da fase β -

AlFeSi na fase α -AlFeSi, sendo a primeira fase indesejável, pois origina baixa ductilidade. Quanto mais elevada for a temperatura de homogeneização mais eficiente será a transformação da fase β .

O ferro é uma impureza natural muito comum nas ligas de alumínio surgida durante o fabrico dos biletos. Normalmente aparece sob a forma de AlFeSi e tende a ter efeito negativo nas propriedades da liga. A porosidade do material tende a aumentar, assim que o nível de ferro aumenta na liga. A adição de elementos de liga, como o manganês, contraria este efeito, promovendo a neutralização do ferro e a modificação da morfologia das fases intermédias que, por sua vez, irá proporcionar uma melhoria das propriedades do material [24].

2.2.2. Endurecimento das ligas de alumínio

O endurecimento por precipitação é o processo mais utilizado para aumentar a resistência mecânica das ligas de alumínio tratáveis termicamente. Este processo envolve três etapas: solubilização, têmpera e envelhecimento natural ou artificial. Estas etapas isoladas não garantem a melhoria das propriedades finais, tendo que ser utilizadas em conjunto e sequencialmente. No final do processo pretende-se obter uma elevada densidade de precipitados finamente dispersos numa matriz de alumínio que promova a maximização da resistência mecânica da liga. Na Figura 2.7 são apresentadas as diferentes etapas de tratamento térmico.

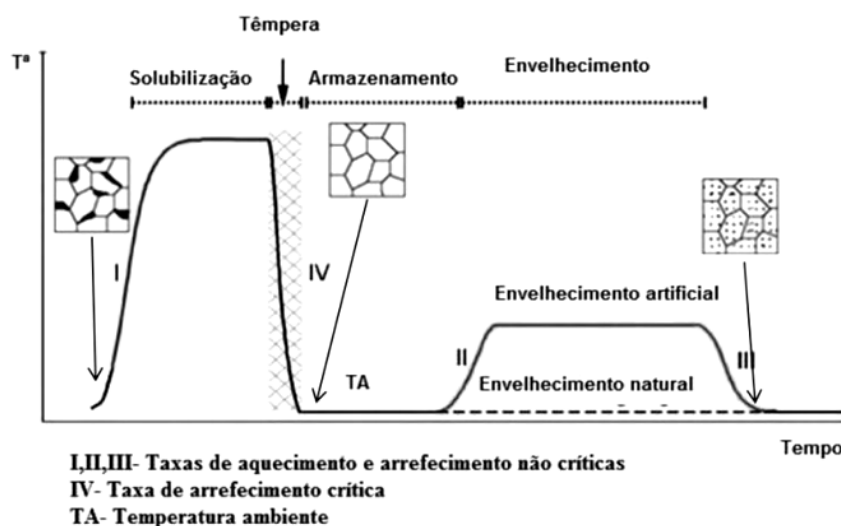


Figura 2.7 - Representação esquemática das etapas no processo de endurecimento por precipitação [2].

2.2.3. Endurecimento nas ligas da série 6xxx

2.2.3.1. Solubilização

O tratamento térmico de solubilização consiste num aquecimento da liga até uma temperatura elevada. Esta temperatura não deverá ultrapassar o menor ponto de fusão das fases presentes mas deverá ser suficiente para garantir a completa dissolução dos elementos de liga de forma a se obter uma solução sólida [11]. No caso das ligas 6060 e 6061 esta ocorre a uma temperatura de aproximadamente 510 °C, sendo necessário manter a liga a esta temperatura durante um certo período de tempo para a dissolução completa da fase Mg_2Si . Em alguns casos, durante a extrusão procura-se assegurar a solubilização de eventuais elementos de liga presentes em precipitados, como resultado de uma deficiente homogeneização prévia.

2.2.3.2. Têmpera

A têmpera consiste num arrefecimento rápido desde a temperatura de solubilização até à temperatura ambiente, com o objetivo de conservar a solução sólida obtida na etapa de solubilização. Se o arrefecimento for suficiente rápido, dentro dos parâmetros de controlo, os processos de difusão dos elementos de liga não terão tempo de ocorrer na matriz do alumínio, obtendo-se assim uma solução sólida sobressaturada. Se o arrefecimento for demasiado lento, haverá tempo para precipitação. Por outro lado, se o arrefecimento for demasiado rápido, pode conduzir à distorção da peça devido a tensões térmicas [11]. O meio de arrefecimento mais usado é a água, embora algumas ligas possam ser temperadas ao ar.

A necessidade de limitar o processo de difusão e manter os elementos de liga em solução sólida no processo de têmpera tem como intuito promover mais tarde, a precipitação dos mesmos, maximizando a resistência mecânica do material.

A tendência de uma liga, durante a etapa de têmpera, para formar precipitados é denominada de sensibilidade à têmpera [25]. Esta pode ser analisada com base nos diagramas tempo-temperatura-transformação (TTT), como as representadas na Figura 2.8. Curvas mais à esquerda no diagrama correspondem a ligas mais sensíveis à têmpera. Do conjunto de ligas apresentadas nesta figura, as ligas 6061 e 6063 são das menos sensíveis à têmpera.

2.2.3.3. Envelhecimento natural ou artificial

O envelhecimento das ligas realizado à temperatura ambiente denomina-se por envelhecimento natural. Quando o envelhecimento das ligas é efetuado a temperaturas mais elevadas designa-se de envelhecimento artificial. As ligas da série 6xxx são

usualmente envelhecidas a uma temperatura aproximada de 150 °C - 180 °C e o seu processo de precipitação é bastante complexo [3]. De um modo geral, o envelhecimento tem por finalidade a formação de uma dispersão fina e densa de precipitados na matriz de alumínio. Esses precipitados dificultam o movimento das deslocações, aumentando a resistência mecânica da liga.

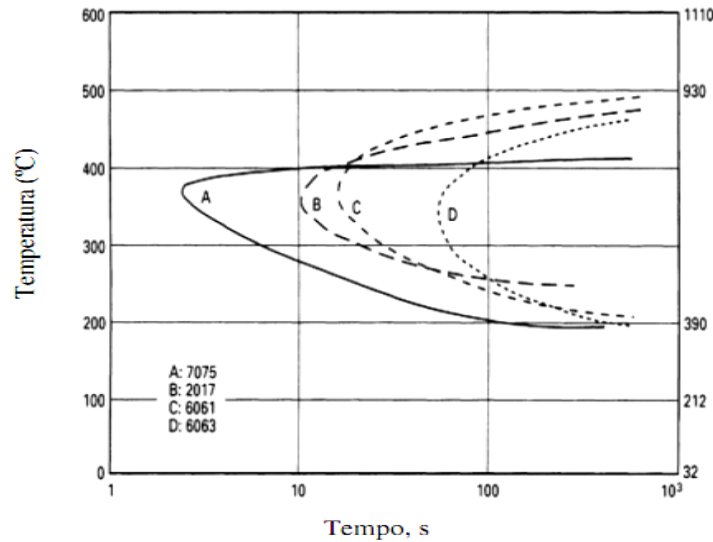


Figura 2.8 - Curva TTT de várias ligas do alumínio [26].

O grau de endurecimento de uma liga depende da forma, da distribuição e do tamanho dos precipitados. Na Figura 2.9 está representada esquematicamente uma curva de envelhecimento mostrando a variação da resistência mecânica e dureza da liga ao longo do tempo de envelhecimento, a temperatura constante.

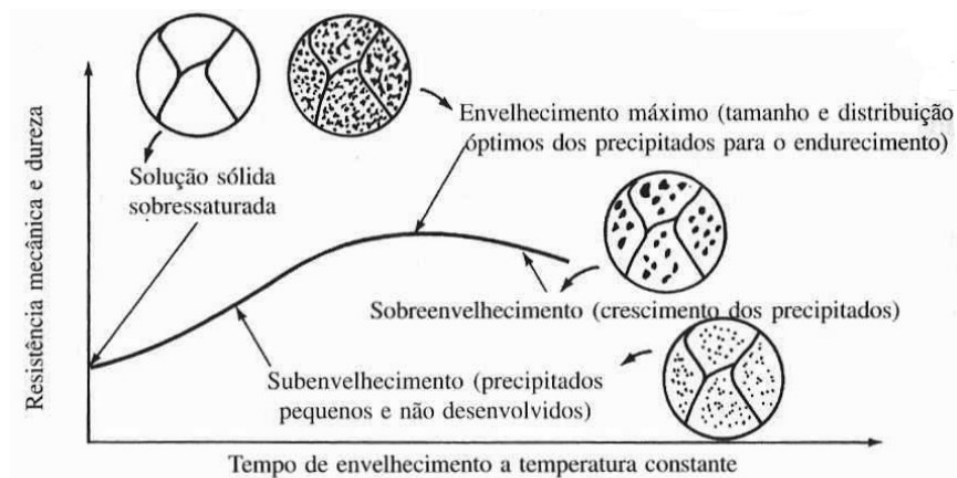


Figura 2.9: Variação da resistência mecânica e dureza ao longo do envelhecimento de uma liga de Al [27].

Nesta representação é possível relacionar as variações da dureza com as alterações que ocorrem nos precipitados ao longo do tempo de envelhecimento. Inicialmente, à medida que o tempo de envelhecimento aumenta verifica-se a formação de precipitados finos e o aumento da resistência mecânica e da dureza da liga. Posteriormente, os precipitados vão aumentando em número e tamanho ao longo do tempo de envelhecimento. A resistência mecânica e dureza da liga são máximas no ponto de envelhecimento onde o tamanho e distribuição dos precipitados é ótima. A partir deste ponto ocorre sobre-envelhecimento, devido à coalescência dos precipitados que se traduz numa diminuição da resistência mecânica e dureza da liga.

2.2.3.4. Sequência de precipitados

A evolução do grau de endurecimento por precipitação depende da composição da liga e das condições de tratamento térmico. O processo de precipitação das ligas da série 6xxx é um dos mais complexos [1]. A formação de precipitados envolve a formação inicial de aglomerados de átomos de Si e Mg, as chamadas zonas GP (Guinier-Preston), e, posteriormente, das fases normalmente designadas por β'' , β' e β .

Aglomerados de átomos de soluto Mg-Si - Estes aglomerados formam-se a partir da solução sólida sobressaturada no início da etapa de envelhecimento.

Zonas GP (Guinier-Preston) - As zonas GP apresentam precipitados com morfologia pouco precisa, com dimensões muito reduzidas (na ordem dos nanómetros) e a sua composição depende da composição química da liga [9].

Precipitados β'' - Os precipitados β'' são os mais eficientes no que diz respeito ao endurecimento das ligas. Apresentam-se com a forma de agulha com cerca de 4 nm de diâmetro e medindo cerca de 300 nm de comprimento, e são coerentes com a matriz [9].

Precipitados β' - Os precipitados β' têm a forma de bastões e dimensões na ordem dos nanómetros, maiores que os precipitados de β'' e são semi-coerentes com a matriz, conferindo, por isso, um menor endurecimento ao material.

Precipitados β - Estes precipitados são constituídos pela fase de equilíbrio (Mg_2Si), surgem na forma de plaquetas que são incoerentes com a matriz de alumínio e têm um efeito de endurecimento do material inferior aos precipitados β'' e β' . A transição entre estas fases metaestáveis parece acontecer isoladamente. As fases β' e β podem coexistir por um longo período de tempo durante o processo de envelhecimento [9].

2.2.4. Processo de extrusão

As ligas da série 6xxx são das mais utilizadas na extrusão de produtos de alumínio. Este processo de enformação por deformação plástica permite a obtenção de perfis com

formas diversas. Na Figura 2.10 está representado o processo de extrusão onde um bilete é pré-aquecido num forno e de seguida é forçado a passar através de um orifício de uma matriz, com a forma pretendida para a secção do perfil [28].

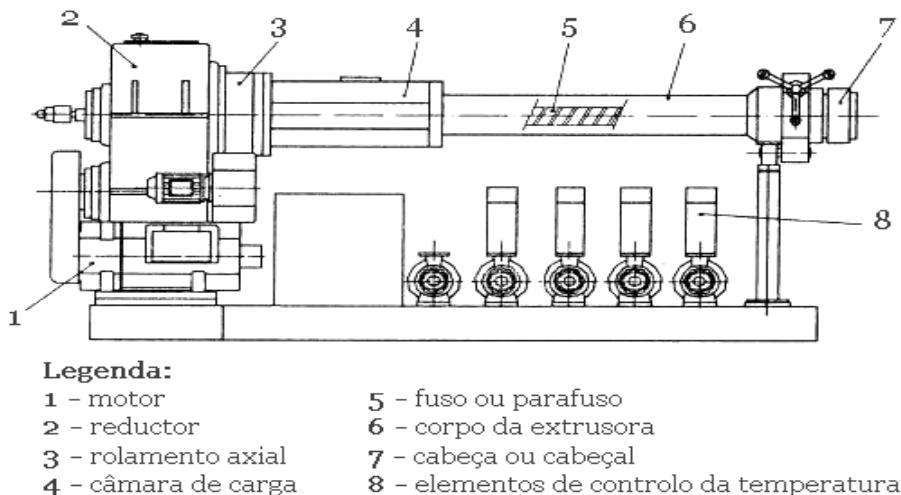


Figura 2.10: Processo de extrusão [29].

As condições de extrusão tais como a temperatura e velocidade de extrusão são fundamentais na obtenção de perfis com as características pretendidas, devendo ser adaptadas para cada liga [30].

2.2.5. Processo industrial da Extrusal

A Extrusal S.A. é uma empresa que produz perfis de alumínio por extrusão. As ligas geralmente utilizadas pela empresa são da série 6xxx, nomeadamente as ligas 6060, 6061, 6063 e 6082, objeto deste estudo. A Extrusal dispõe de três linhas de extrusão e um departamento que produz matrizes em aço para serem utilizadas neste processo [31].

As ligas são adquiridas pela empresa na forma de billetes homogeneizados, ficando armazenados num sector próprio para matérias-primas. Antes dos billetes sofrerem o processo de extrusão são escovados para remover sujidades e impurezas superficiais e, seguidamente, colocados num forno para serem aquecidos.

O pré-aquecimento depende fortemente do tipo de liga, do produto e do processo de fabrico. Um dos principais propósitos da utilização desta etapa no processo industrial é facilitar a operação de extrusão, conferindo ductilidade ao bilete, reduzindo a pressão de extrusão e favorecendo a solubilização e homogeneização da liga. O aquecimento do bilete deve ser feito de forma homogénea com o fim de eliminar eventuais gradientes térmicos. Após saída do forno, os billetes amolecidos seguem para a extrusora onde serão

extrudidos. A partir daqui o processo segue o modelo anteriormente descrito de tratamento térmico, envolvendo têmpera e envelhecimento artificial.

No presente trabalho procurou-se avaliar a homogeneidade dos billetes recebidos pela empresa, incluindo a identificação de camadas de refusão e/ou segregação inversa. Complementarmente procurou-se ainda avaliar o efeito do tempo de espera do billete pré-aquecido antes da extrusão, imediatamente antes da extrusão.

2.3. Bibliografia

- [1] G. Totten, D. MacKenzie, *Physical – metallurgy and processes, in Handbook of aluminum*, vol. 11, Marcel Dekker, pg. 1-7 (2003).
- [2] M.R.N. Soares, *Efeitos dos ciclos de envelhecimento no comportamento de ligas de alumínio*, Tese de mestrado, Universidade de Aveiro (2009).
- [3] M.M.M. Martins, *Estudo do comportamento das ligas de alumínio 6061 e 6082*, Tese de mestrado, Universidade de Aveiro (2008).
- [4] <http://www.gac.ae/aluminium-Applicationn.aspx> (acedido em 30/10/2014).
- [5] www.aluminium.org (acedido em 9/12/2013).
- [6] N.R. Oliveira, *Transformações microestruturais nas ligas de alumínio arrefecidas desde o domínio semi-sólido*, Tese de Mestrado, Universidade de Aveiro (2008).
- [7] T. Sheppard, *Extrusion of Aluminium Alloys*, Kluwer Academic Publishers, pg. 256-266 (1999).
- [8] Q. D. Qin, Y. G. Zhao, *Microstructure evolution of in situ Mg₂Si/Al–Si–Cu composite in semisolid remelting processing*, Materials Science and Engineering A, vol. 407, pg. 196–200 (2005).
- [9] V. Raghavan, *Al-Mg-Si (Aluminum-Magnesium-Silicon)*, Journal of Phase Equilibria and Diffusion, pg. 189-191, 28 (2007).
- [10] G. Totten, S. Mackenzie, *Handbook of Aluminium*, Marcel Dekker, vol. 1, pg. 169-172 (2003).
- [11] R. K. Paramatmuni, B. S. Kang, *Evaluation of cracking resistance of DC casting high strength aluminum ingots*, Materials Science and Engineering A, vol. 379, pg. 199–301 (2004).
- [12] E. F. Emley, *Continuous casting of aluminium*, International Metals Reviews, vol. 21, pg. 75-115 (1976)
- [13] R. Nadella, L. Katgerman, *Macrosegregation in direct-chill casting of aluminium alloy*, Progress in Materials Science, Elsevier, vol. 53, pg. 421–480 (2008).

- [14] M. Lalpoor, D.G. Eskin, *Cold cracking in DC-cast high strength aluminum alloy ingots: An intrinsic problem intensified by casting process parameters*, Materials Science and Engineering A, vol. 528, pg. 2831-2842 (2011).
- [15] G. Gottstein, L. S. Shvindlerman, *Grain Boundary Migration Metals*, CRC Series in Materials Science and Technology, CRC Press, (1999).
- [16] P.K. Saha, *Aluminum Extrusion Technology*, ASM International, (2000).
- [17] J. F. Grandfield, D. G. Eskin, *Direct-chill casting of light alloys*, Science and technology, pg.222 (2013).
- [18] <http://dc195.4shared.com/doc/HCXOdYru/preview.html> (acedido em 16/01/2014).
- [19] C. Schmitiz, *Handbook of aluminium recycling*, Vulkan, pg. 324 (2206).
- [20] V.R. Voller, S. Sundarraj, *A model of inverse segregation: the role of microporosity*, International Journal of Heat and Mass Transfer, vol. 38, pg. 1009–1018, 1995).
- [21] V.A. Livanov, R.M. Gabidullin, *DC Casting of Aluminium Alloys*, Metallurgiya (1977).
- [22] H. Nagaumi, *Prediction of porosity contents and examination of porosity formation in Al–4.4% Mg DC slab*, Science and technology of advanced materials, vol. 2, pg. 49-57 (2001).
- [23] H. R. Muller, *Continuous casting*, Wiley- VCH, pg. 237-312 (2006).
- [24] S. G. Shabestari, *The effect of iron and manganese on the formation of intermetallic compounds in aluminum – silicon alloys*, Materials Science and Engineering A, vol. 383, pg. 289-298 (2004).
- [25] D. R. Joseph, *Aluminum and Aluminium Alloys*, ASM International, pg. 229-302, USA (1993).
- [26] S. Zajac, *Quench Sensivity of 6063 and 6082 Aluminum Alloys*, ET04 seminar, pg. 73-82 (2000).
- [27] W. F. Smith, *Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais*, Mc Graw – Hill, 3ª edição (1996)
- [28] D. R. Jenista., *High Performance Quenching: Maximum Performance in the Minimum Space*, Extrusion Technology Seminar, pg. 427-432 (2000).
- [29] http://www.ctb.com.pt/?page_id=6387 (acedido em 11/12/2013).
- [30] T. Sheppard, *Extrusion of aluminium alloys*, Kluwer Academic Publishers, pg. 253-303 (1999).
- [31] www.Extrusal.pt (acedido em 28/7/2013).

Capítulo 3

Procedimento experimental

As ligas analisadas neste trabalho foram fornecidas pela empresa Extrusal, sendo que alguma da informação sobre as ligas (fornecedor) e seu processamento (condições de extrusão, no caso de ligas extrudidas) será mantida como confidencial. Como se depreenderá dos resultados e discussão, a reserva relativa a alguma informação não prejudica a compreensão do trabalho agora apresentado. Por limitações de tempo não foi possível concretizar o estudo sistemático de todas as ligas de todos os fornecedores nas diferentes condições estudadas.

Numa primeira fase foram realizados ensaios de análise de homogeneidade de ligas de diferentes fornecedores. As amostras foram previamente polidas para posterior medição de valores de microdureza de Vickers (HV) e análise microestrutural por microscopia eletrónica de varrimento (SEM) e transmissão (TEM). Antes de serem analisadas por SEM, as amostras foram submetidas a polimento eletrolítico da superfície, numa tentativa bem sucedida de melhorar as condições de análise.

Ainda relativamente a estas ligas foi também efetuado um estudo utilizando vários ciclos de temperatura, com o intuito de se avaliar o efeito do tempo de espera do bilete pré-aquecido antes da etapa de extrusão. Este estudo é justificado pela eventualidade de distintos períodos de espera a alta temperatura, decorrentes de diferentes velocidades de extrusão, poderem configurar um tratamento térmico involuntário, favorecendo a formação não controlada de precipitados envolvendo elementos de liga. Estes precipitados poderiam assim condicionar o posterior processo de envelhecimento artificial.

3.1. Caraterísticas e processamento das ligas

Na Tabela 3.1 está representada a composição química das ligas estudadas neste trabalho.

As dimensões iniciais típicas dos biletos variaram entre 6000 mm e 7000 mm de comprimento, e um diâmetro de até 206 mm. As amostras de ligas fornecidas correspondem a seções de forma circular, extraídas de um bilete industrial (Figura 3.1)).

Tabela 3.1 – Composições químicas em peso das ligas usadas neste trabalho [1].

		Composição (%)						
Elementos de liga		Si	Mg	Cu	Mn	Cr	Fe	Zn
Designação da liga	6060	0,5	0,5	0,10	0,10	0,05	0,20	0,15
	6061	0,69	1,01	0,16	0,08	0,06	0,18	0
	6063	0,4	0,7	0,1	0,1	0,1	0,35	0,1
	6082	0,91	0,7	0,03	0,49	0,001	0,22	0,006

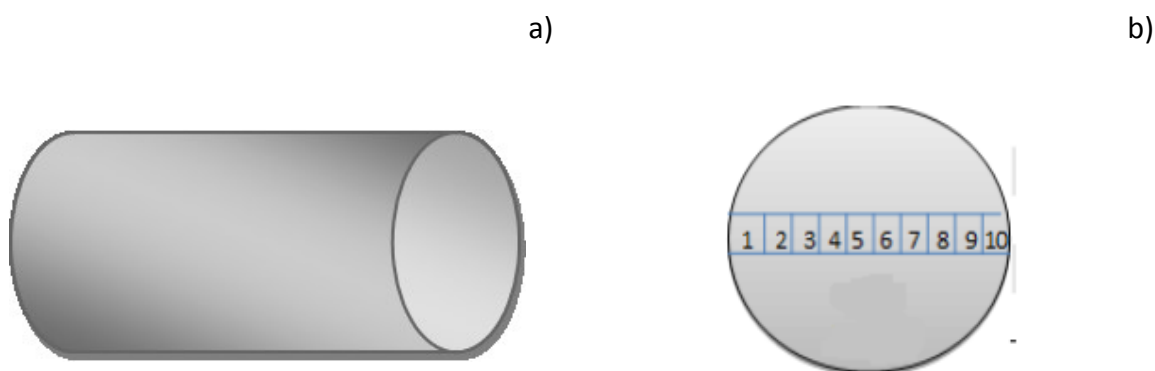


Figura 3.1 – a) Ilustração de um bilete industrial b) Representação esquemática do conjunto de amostras (1-10) obtidas de um corte de um bilete.

De cada seção retiram-se dez amostras devidamente identificadas de 1 a 10 (Figura 3.1 b). Para o estudo inicial da microdureza e microestrutura dos biletos recebidos dos fornecedores apenas foram selecionadas as amostras da extremidade (1 e 10), (2 e 9) e do centro do bilete (5 e 6). As restantes amostras foram sujeitas a tratamento térmico (TT) antes de ensaios de microdureza e análise microestrutural.

3.1.1. Estudo da homogeneização dos biletos

Como referido, foi realizado um estudo com o intuito de caraterizar a homogeneidade microestrutural e as propriedades do material inicial (bilote). Na Tabela 3.2 estão representadas as ligas estudadas e ensaios a que foram sujeitas.

A fim de se verificar a existência de defeitos como a segregação inversa, camadas de refusão e segundas fases, foram apenas selecionadas as amostras das extremidades de algumas ligas (1), que somente sofreram homogeneização por parte do fornecedor.

Para o estudo do comportamento mecânico das ligas sujeitas a diferentes ciclos térmicos foram realizados ensaios de microdureza de Vickers. A análise microestrutural foi

efetuada com recurso a microscopia eletrónica de varrimento (SEM - *scanning electron microscopy*) e de transmissão (TEM – *transmission electron microscopy*).

Tabela 3.2 – Tipo de ligas, fornecedores, designações das amostras e ensaios.

Liga	Fornecedor	Amostra	Ensaio			
			TT	HV	SEM	TEM
6060	β	6060_1, 6060_2, 6060_6, 6060_9, 6060_10		X		
		6060_5		X	X	X
		6060_2, 6060_3, 6060_4, 6060_5, 6060_6	X	X	X	
		6060_7	X	X	X	X
6061	β	6061_2, 6061_6, 6061_9, 6061_10		X		
		6061_5		X	X	X
		6061_1,		X	X	
		6061_2, 6061_3, 6061_4, 6061_5, 6061_6	X	X	X	
		6061_7	X	X	X	X
6063	β, α	6063_2, 6063_5, 6063_6, 6063_9, 6063_10		X		
		6063_5 (β)		X	X	
6082	β	6082_2, 6082_5, 6082_6, 6082_9, 6082_10		X		
		6082_1		X	X	

3.1.2. Estudo do efeito do tempo de espera no acesso à extrusora nas propriedades das ligas

Neste trabalho trataram-se termicamente, em ambiente laboratorial, algumas amostras (Tabela 3.3), com o objetivo de simular percursos térmicos em ambiente industrial, na fase de espera de billetes pré-aquecidos, antes da extrusão. A sigla T na designação das amostras foi adicionada para identificar as que foram sujeitas a ciclos térmicos. A designação genérica adotada (NNNN_#T_\$\$\$&&) para as amostras segue a lógica da Tabela 3.4.

Tabela 3.3 – Condições de tratamento térmico e designações das amostras.

Liga	Tratamento térmico		Amostra
	Temperatura (°C)	Tempo (min)	
6060	420	20	6060_2T_420/20
		40	6060_3T_420/40
	460	20	6060_5T_460/20
		40	6060_4T_460/40
	500	20	6060_7T_500/20
		40	6060_6T_500/40
	420	20	6061_2T_420/20
		40	6061_3T_420/40
6061	460	20	6061_5T_460/20
		40	6061_4T_460/40
	500	20	6061_7T_500/20
		40	6061_6T_500/40

Tabela 3.4 – Designação genérica adotada (NNNN_#T_\$\$\$/##) para as amostras sujeitas a ciclo térmico.

Liga (NNNN)	Posição no bilete (#)	Tratamento térmico (T)	Temperatura (°C, \$\$\$)	Tempo (min, ##)
6060, ou 6061, ou 6063, ou 6082	– 1-10	com ou sem T	– 420, ou 460, ou 500	/ 20 ou 40

Na Figura 3.2 está representado esquematicamente o tratamento térmico a que as amostras foram submetidas. Durante um certo período de tempo as amostras foram sujeitas a uma determinada temperatura, seguidamente levadas à temperatura de extrusão, sofrendo um posterior arrefecimento rápido em água.

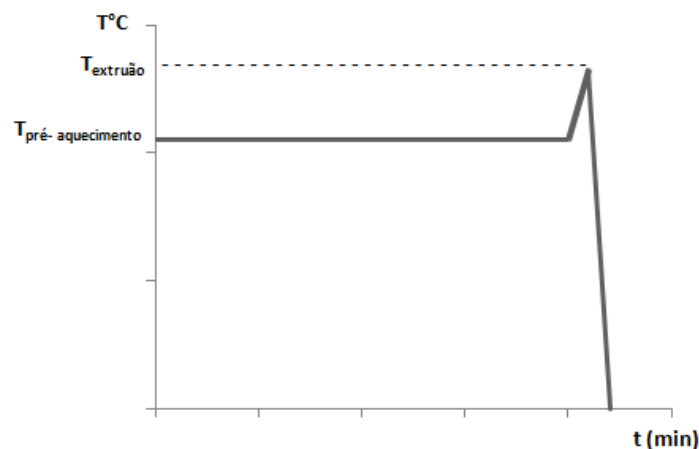


Figura 3.2: Esquema de um percurso térmico realizado em ambiente laboratorial.

3.1.3 Estudo de perfis extrudidos.

Nesta etapa foi efetuado um breve estudo microestrutural de um perfil produzido na empresa, da liga 6060, sujeito a produção normal em termos de extrusão e envelhecimento. Embora a motivação primeira deste estudo fosse a identificação da natureza de um defeito de superfície, de dimensão macroscópica, a análise por SEM permitiu a obtenção de uma caracterização microestrutural de uma liga extrudida, como tal susceptível de comparação com os provetes estudados na fase de pré-extrusão.

3.2. Ensaios mecânicos

O recurso a ensaios mecânicos é essencial para o estudo das propriedades mecânicas das ligas. Neste caso optou-se somente pela realização de ensaios de dureza. A dureza é medida com base na resistência do material à penetração por um indentador sob a ação de uma carga.

Num ensaio de dureza, um indentador de forma bem definida é forçado, sob carga, a penetrar na superfície de um material durante um certo período de tempo. Quando a carga é removida, são medidas as dimensões da marca deixada pelo indentador no material, que depende do tipo de ensaio realizado. O valor de dureza é calculado com base nestas dimensões e no valor da carga.

Os ensaios de dureza podem ser classificados de acordo com a carga que se aplica no indentador. Em ensaios de macrodureza, a carga usada é superior a 1 kgf e pode atingir 120 kgf. Nos ensaios de microdureza a carga utilizada encontra-se no intervalo de 1 gf até 1 kgf.

3.2.1. Ensaio de microdureza de Vickers

No método de microdureza de Vickers, usado neste trabalho, o indentador utilizado é de diamante, com a forma de pirâmide com uma base quadrada e um ângulo de 136° , como representado na Figura 3.4 a). Nos ensaios utilizou-se uma carga de 200 gf e esta foi aplicada ao material a testar durante 10 segundos. Para cada amostra procedeu-se à medição de um conjunto de dez valores, no sentido de obter uma informação estatisticamente representativa.

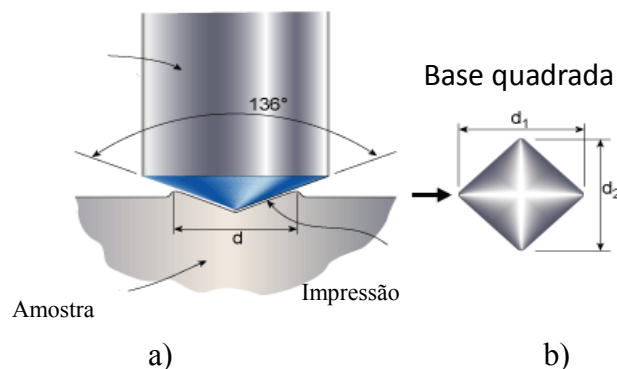


Figura 3.4: a) Indentação de Vickers b) Ilustração da figura de indentação e medição das diagonais [2].

As medições das arestas das diagonais, resultantes da penetração do indentador na superfície do material, são feitas com o auxílio de um microscópio. O valor de microdureza de Vickers (HV) resulta da divisão entre a carga aplicada e a área de impressão deixada pelo indentador (Figura 3.4 b)), em que F_t é a carga aplicada em kgf e d a média dos comprimentos das diagonais da impressão em mm:

$$HV = \frac{F_t}{A_{\text{indentação}}} = 1,854 \times \frac{F_t}{d^2} \quad \text{Equação 3.1}$$

Trata-se de um método simples e barato, em que não ocorre deformação do penetrador, apresentando contudo algumas limitações que podem condicionar a precisão do teste, como o nivelamento e o acabamento da superfície das amostras, bem como o erro humano, uma vez que a medição das arestas da indentação é realizada manualmente [2].

O equipamento utilizado para os ensaios de microdureza foi o microdurómetro Shimadzu M (Figura 3.5) e o microscópio ótico Zeiss Jenaphoto 2000, que permitiu a medição das diagonais da indentação. A calibração da ampliação foi efetuada com recurso a uma escala micrométrica.

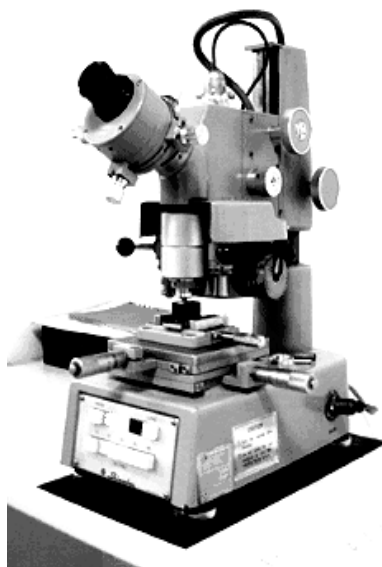


Figura 3.5: Imagem do microdurómetro Shimadzu M.

3.3. Análise microestrutural

Através de microscópios eletrónicos de varrimento e transmissão é possível analisar a microestrutura da liga, nomeadamente o tamanho e natureza dos precipitados presentes e a sua distribuição na matriz. Assim, a análise microestrutural permite tentar relacionar a microestrutura da liga de alumínio com as suas propriedades mecânicas.

3.3.1. Microscopia eletrónica de varrimento (SEM)

Ao contrário do microscópio ótico, cujo método de obtenção de imagem se baseia na utilização de luz, o microscópio eletrónico de varrimento utiliza um feixe de eletrões para formar uma imagem da superfície da amostra, por um processo de varrimento. Este equipamento permite a caracterização com elevada definição da morfologia da superfície da amostra e, quando equipado com um espectrómetro de dispersão de energias (EDS –

energy dispersive spectroscopy), permite determinar a composição química local da amostra através da detecção e análise de raios X emitido pela amostra.

3.3.1.1. Preparação das amostras para SEM

Para observação em SEM, as amostras inicialmente foram polidas com lixas de granulometrias diferentes (P180, P400 e P1200). Após o desbaste, foi realizado um polimento das amostras com pastas de diamante com granulometrias progressivamente mais finas (15 μm , 9 μm , 6 μm , 3 μm e 1 μm), sendo que na troca de cada pasta a amostra foi submetida a limpeza num equipamento de ultrassons, de forma a eliminar partículas abrasivas e evitar a contaminação entre as pastas.

De forma a garantir uma superfície de análise sem artefactos produzidos pelo polimento mecânico, as amostras foram submetidas a uma etapa final de polimento eletrolítico, utilizando para o efeito um equipamento LectroPol-5 da marca Struers operando a uma voltagem de 39 Volts durante 15 segundos, e uma solução de polimento A2, fornecida pela empresa Struers. Este polimento foi acompanhado com a observação por microscopia ótica, a fim de se avaliar a qualidade da superfície da amostra.

Posteriormente as amostras foram fixadas no porta amostras com cola de carbono, e observadas no microscópio eletrónico de varrimento Hitachi SU-70. A qualidade da preparação de amostras assim conseguida excedeu em muito o usualmente obtido com o polimento com pasta de diamante, mesmo quando seguido de ataque ácido para tentar evidenciar fronteiras de grão.

Na Figura 3.6 apresentam-se dois exemplos de microestruturas de ligas 6061 envolvendo distintas técnicas de preparação, sendo evidente a qualidade acrescida dos resultados agora conseguidos.

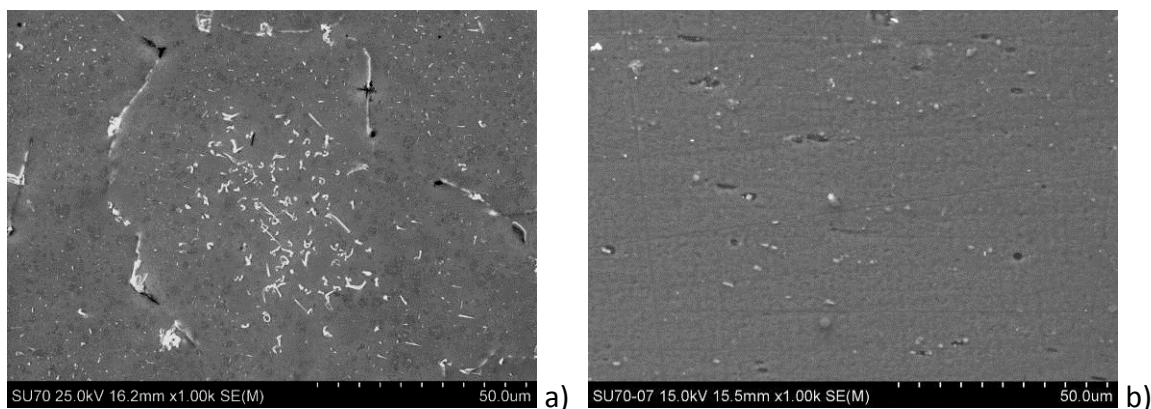


Figura 3.6 - Exemplos de diferentes níveis de detalhes de microestruturas de ligas 6061 envolvendo a etapa complementar de polimento electrolítico (a) ou somente polimento com pasta de diamante (b).

3.3.2. Microscopia eletrônica de transmissão (TEM)

No microscópio eletrônico de transmissão é utilizado um feixe de elétrons com energia elevada (geralmente na ordem das centenas de keV) para bombardear uma amostra com espessura suficientemente reduzida (na ordem dos nanômetros) para que alguns elétrons consigam atravessar a amostra. Estes elétrons, denominados elétrons transmitidos, são utilizados para formar uma imagem de elevada definição da amostra. O microscópio eletrônico de transmissão permite analisar precipitados com dimensões mais reduzidas do que é possível com o microscópio eletrônico de varrimento. Estes precipitados mais finos são os principais responsáveis pelo aumento do desempenho mecânico durante o tratamento térmico destas ligas. Os precipitados de maiores dimensões são relativamente ineficazes a este respeito e poderão ainda ser altamente negativos para o fabrico de peças polidas, já que são facilmente arrancados na fase de polimento, originando defeitos e riscos superficiais na peça final. Assim o interesse em ambos os tipos de análise complementam-se. No presente estudo, foi utilizado o microscópio eletrônico de transmissão JEOL 2200FS, operando com um potencial de aceleração de 200 kV.

3.3.2.1. Preparação das amostras para TEM

As amostras utilizadas nas observações por microscopia eletrônica de transmissão foram preparadas por desbaste mecânico em ambas as faces com lixas de carboneto de silício sucessivamente mais finas, até uma espessura inferior a 100 μm . Das amostras resultantes foram cortados, com um punção, discos com 3 mm de diâmetro que, de seguida, foram submetidos a um processo de polimento eletrolítico em ambas as faces até à perfuração, utilizando uma voltagem de 10 V e uma solução constituída por 25% (vol.) de ácido nítrico e metanol.

3.4. Bibliografia

- [1] http://www.capalex.co.uk/Alloy_Types/6063_alloy.html (acedido a 09/04/2014).
- [2] G. Mathers, *The Welding of aluminium and its alloys*, pg. 166-184, Elsevier (2002).
- [3] <http://www.sogesesas.it/PTMmetallici/Part-150.html> (acedido em 05/02/2014).
- [4] C.I. Gomes, G. Machado, *Microscopia eletrônica de varredura*, pg. 9-13, EDIPUCRS (2007).

Capítulo 4

Resultados e Discussão

No presente capítulo proceder-se-á à apresentação e discussão dos principais resultados obtidos. Seguindo uma lógica coerente com a sequência do trabalho experimental, apresentar-se-ão primeiramente os resultados da caracterização da homogeneidade de biletos na condição de entrada na Extrusal. O estudo destes biletos iniciou-se com uma análise microestrutural, seguindo-se a medição da dureza ao longo do diâmetro dos biletos. Numa segunda fase do trabalho experimental introduziram-se ensaios laboratoriais tendo em vista a avaliação da importância do percurso térmico no desenvolvimento microestrutural e propriedades do extrudido à saída do processo de extrusão. Recorde-se que, embora o tratamento térmico fosse efetuado numa situação prévia à extrusão, todas estas amostras foram sujeitas a um pico de temperatura semelhante ao que verificaria durante a extrusão. Procura-se em todos os casos uma relação lógica entre microestrutura e dureza dos materiais ensaiados.

4.1. Caracterização dos materiais iniciais

Como se referiu, o estudo de diferentes ligas começará pela análise microestrutural seguida de ensaios de dureza. Tratando-se de biletos na condição de fornecimento à Extrusal (no estado homogeneizado), um dos objectivos era a identificação de eventuais defeitos tipo camada de refusão/segregação inversa, poros ou precipitados. Justifica-se, assim, a relevância dada à observação por SEM e TEM.

4.1.1. Caracterização microestrutural

a) Liga 6060

Na Figura 4.1 é apresentada uma imagem obtida por SEM da amostra 6060_5 (centro do bilote), que permite verificar que a microestrutura é caracterizada por um tamanho de grão médio de aproximadamente 70 μm , pequenos poros no interior dos grãos devidos a arrancamento de precipitados mas também da contração durante a solidificação, e uma linha quase contínua de precipitados alongados presentes nas fronteiras de grão. Não é visível a presença de quantidades significativas de precipitados no interior dos grãos.

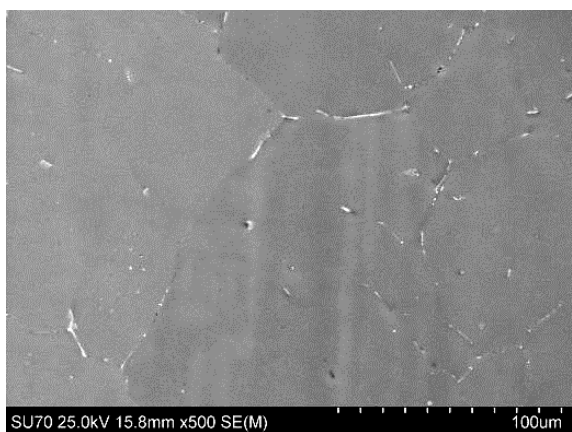


Figura 4.1 – Imagem obtida por SEM da amostra 6060_5.

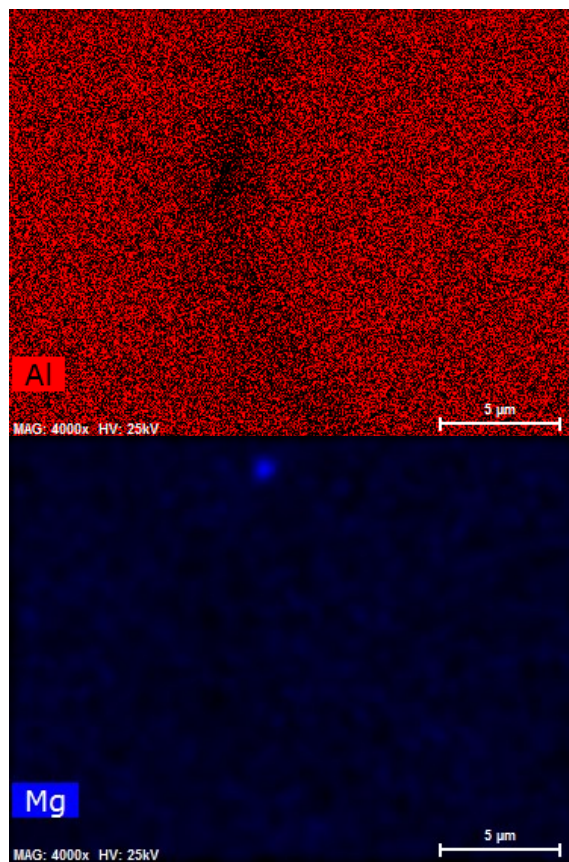
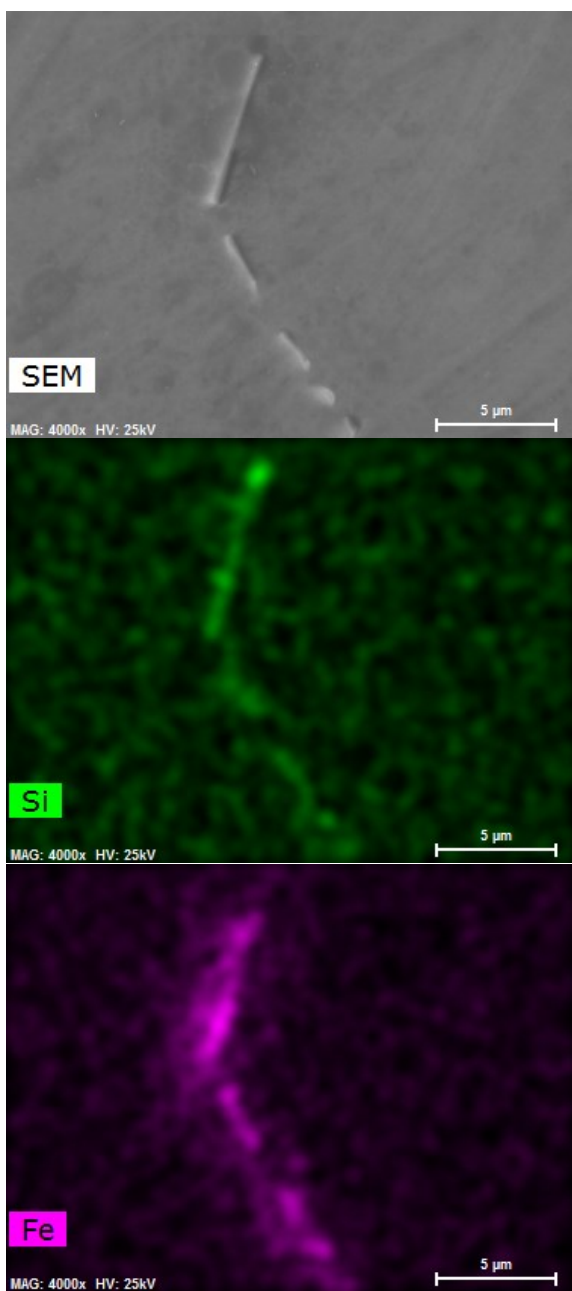


Figura 4.2 – Mapas da distribuição do Al, Si, Mg e Fe obtidos por EDS numa zona da amostra 6060 contendo uma fronteira de grão. Na figura é também apresentada a imagem SEM a área analisada.

Os mapas de distribuição do Al, Si, Mg e Fe (Figura 4.2) mostram um aumento relativo da concentração de Si e Fe nos precipitados, sugerindo que se trata de precipitados de β -AlFeSi. É notória a aparente ausência de Mg nestes precipitados. Estes precipitados, se persistirem no perfil extrudido, podem facilmente ser arrancados e originar defeitos de acabamento, facilmente visíveis em peças polidas. Por outro lado, são responsáveis por uma remoção substancial do Si da liga por combinação preferencial com o Fe, poderão colocar em causa a fase de envelhecimento artificial, por ausência de um dos constituintes essenciais do Mg_2Si , agente essencial do endurecimento destas ligas. Naturalmente, o processo de extrusão a temperatura elevada poderá ainda originar a solubilização parcial ou total destes precipitados, mas a sua presença é reveladora de uma condição inicial potenciadora de problemas.

A ausência de precipitados no interior dos grãos é também apoiada pelos resultados da análise TEM no interior dos grãos da amostra (Figura 4.3). Com efeito, as observações realizadas por esta técnica não permitiram observar precipitados no interior dos grãos, sendo a microestrutura nestes locais caracterizada pela presença de uma reduzida densidade de deslocações.

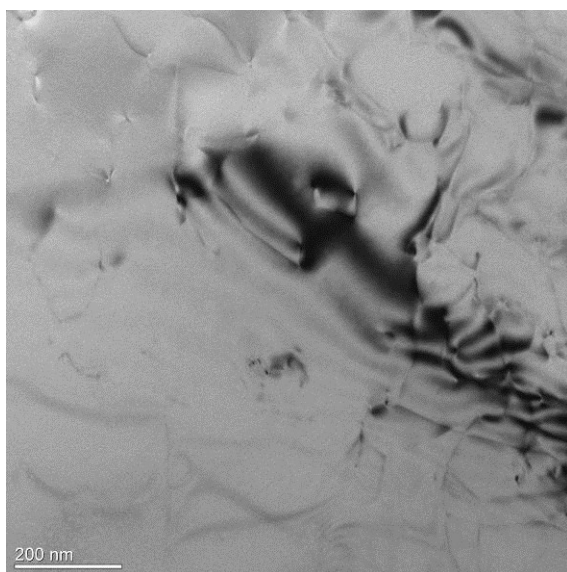


Figura 4.3 – Imagens obtidas por TEM da amostra 6060_5.

b) Liga 6061

Na Figura 4.4 é apresentada uma imagem obtida por SEM da amostra 6061_5, que permite verificar que a microestrutura possui consideráveis semelhanças com a observada na liga 6060, sendo também caracterizada por um tamanho de grão médio de aproximadamente 70 μm .

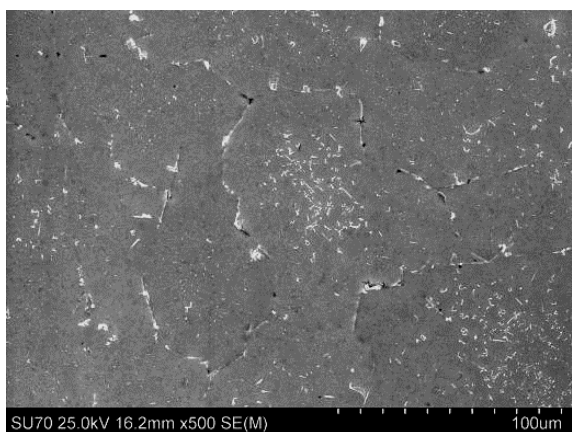


Figura 4.4 – Imagem obtida por SEM da amostra 6061_5.

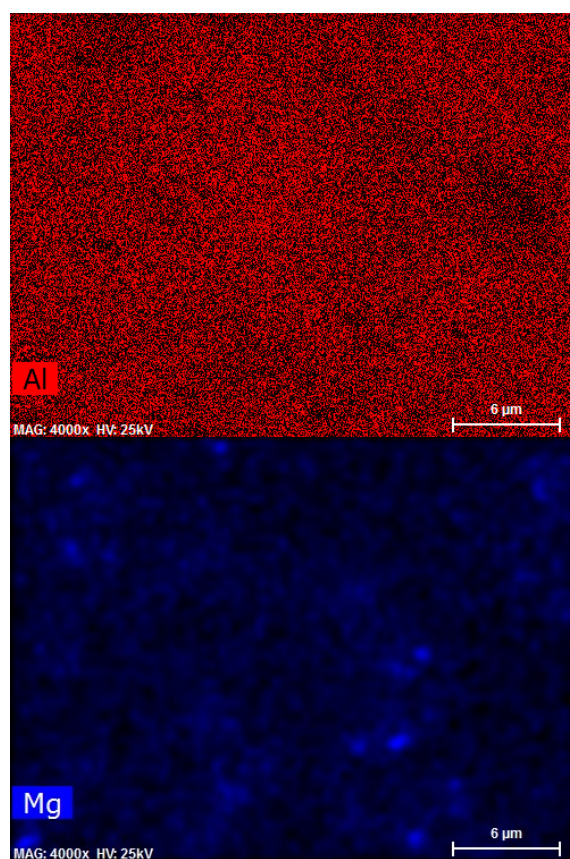
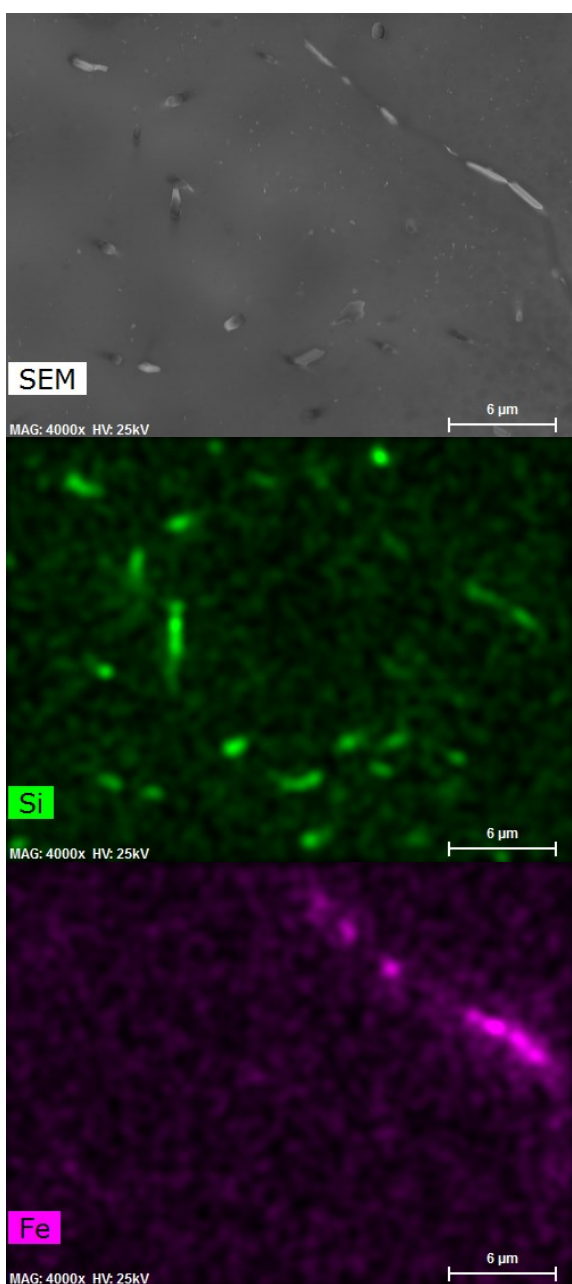


Figura 4.5 – Mapas da distribuição do Al, Si, Mg e Fe obtidos por EDS numa zona da amostra 6061_5 contendo uma fronteira de grão. Na figura é também apresentada a imagem SEM da área analisada.

Na Figura 4.4 encontram-se novamente pequenos poros, provavelmente devidos a arrancamento de precipitados durante a preparação das amostras e à contração durante a solidificação, e uma linha quase contínua de precipitados alongados nas fronteiras de grão. Contudo, contrariamente ao observado no caso da liga 6060, é agora visível a presença de quantidades significativas de precipitados, também de forma alongada, no interior dos grãos.

Os mapas de distribuição do Al, Si, Mg e Fe (Figura 4.5) mostram um aumento relativo da concentração de Si e Fe nos precipitados mais longos presentes nas fronteiras de grão, sugerindo que se trata de precipitados de β -AlFeSi. A presença de precipitados ricos em Si no interior dos grãos, mais pequenos que os anteriores, é também apoiada pelos resultados da análise TEM no interior dos grãos da amostra (Figura 4.6). De modo algo inesperado, a presença de Si não parece acompanhada do Mg na maioria dos casos.

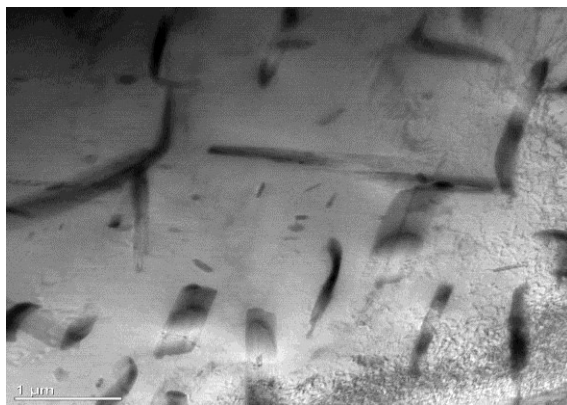


Figura 4.6 - Imagens obtidas por TEM no interior de um grão da amostra 6061_5.

Na Figura 4.7 apresentam-se algumas imagens relativas à camada exterior de um bilete da liga 6061. Este conjunto de imagens sugere estar-se na presença de um gradiente de concentração de precipitados entre periferia e interior, típico do esperado numa situação de camada de refusão/segregação inversa.

Na realidade, na Figura 4.7 a camada com maior densidade de precipitados possuirá uma espessura na ordem dos 100-150 μm, valor coerente com o normalmente referido para este tipo de defeito microestrutural. Note-se que este tipo de situação foi pontualmente identificado noutras ligas, sem que se conseguisse confirmar este resultado após análise atenta de imagens obtidas em amostras de periferia ou centrais (tipo xxxx_1 ou xxxx_5 na notação aqui usada). Isto significa que mesmo com uma adequada preparação de amostras será essencial combinar um número elevado de observações para concluir com alguma certeza sobre a existência e natureza deste tipo de defeito.

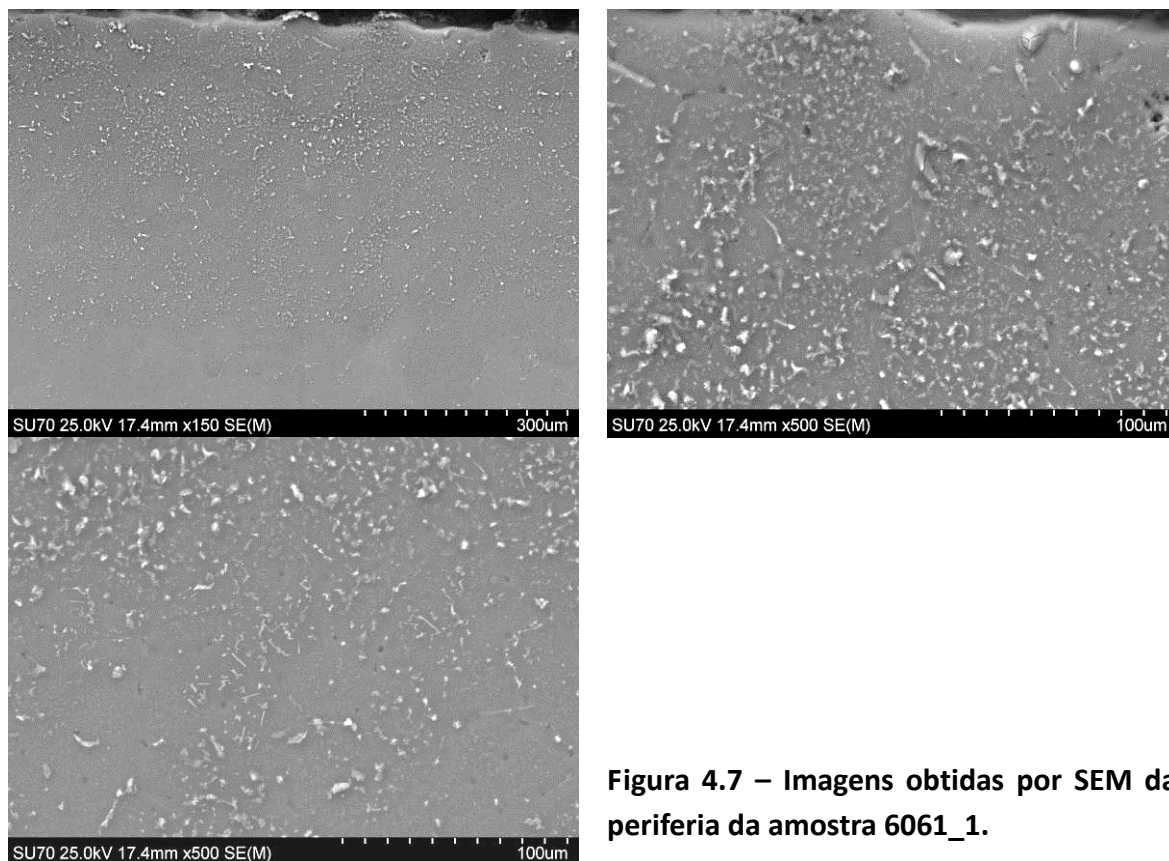


Figura 4.7 – Imagens obtidas por SEM da periferia da amostra 6061_1.

c) Liga 6063

Na Figura 4.8 são apresentadas as imagens obtidas por SEM das amostras numa zona central do bilette da liga 6063 do fornecedor β . Estes resultados permitem verificar que, também nesta liga, ocorre a presença de precipitados alongados nas fronteiras de grão. No entanto, as imagens de maior ampliação revelam a presença de porosidade com forma geométrica invulgar, sugerindo a ocorrência de um ataque químico preferencial durante o polimento eletrolítico das amostras. Este fenómeno, não detetado nas restantes ligas, condicionou fortemente a análise da microestrutura e da composição química da liga 6063. Tudo indica que estes defeitos poderão, em estudos posteriores, ser minimizados ou completamente eliminados através da alteração das condições de polimento eletrolítico.

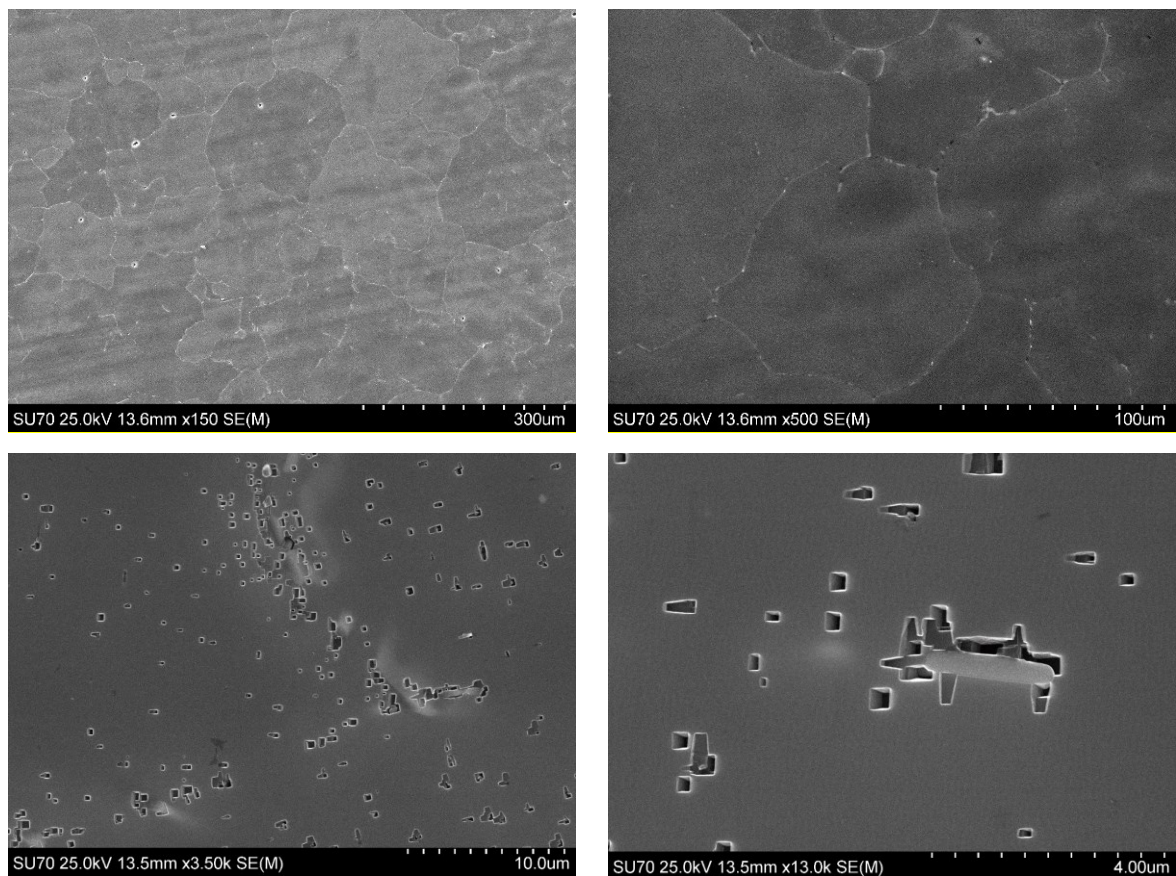


Figura 4.8 – Imagens obtidas por SEM da liga 6063.

d) Liga 6082

Para o estudo da microestrutura da liga 6082 foi apenas selecionada uma amostra de extremidade (6082_1) para a observação por SEM (Figura 4.9).

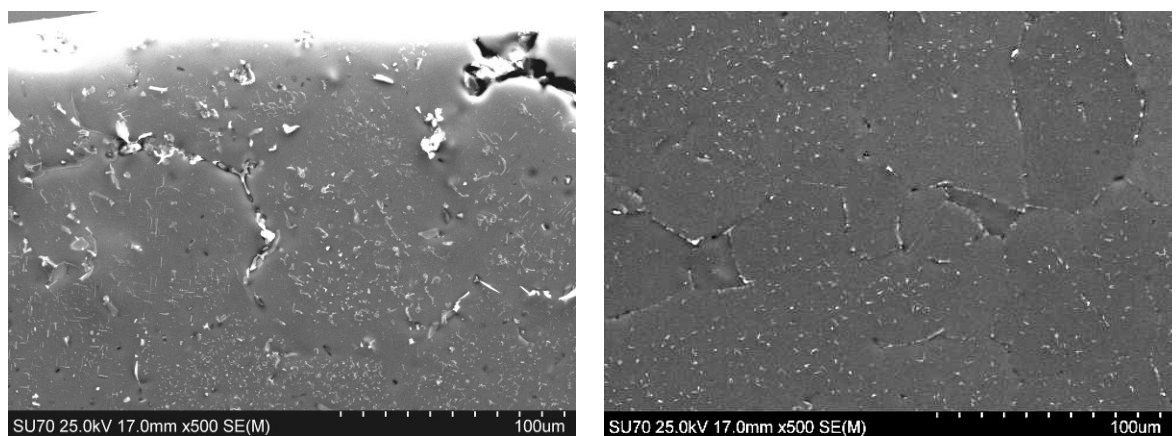


Figura 4.9 - Imagem obtida por SEM na extremidade (lado direito) e no interior (lado esquerdo) da amostra 6082_1.

No essencial as características microestruturais são semelhantes às observadas na liga 6061, incluindo a presença de poros devido à contração durante a solidificação e, possivelmente, a arrancamento de precipitados. Verifica-se também a presença de muitos precipitados alongados nas fronteiras de grão e precipitados no interior dos grãos

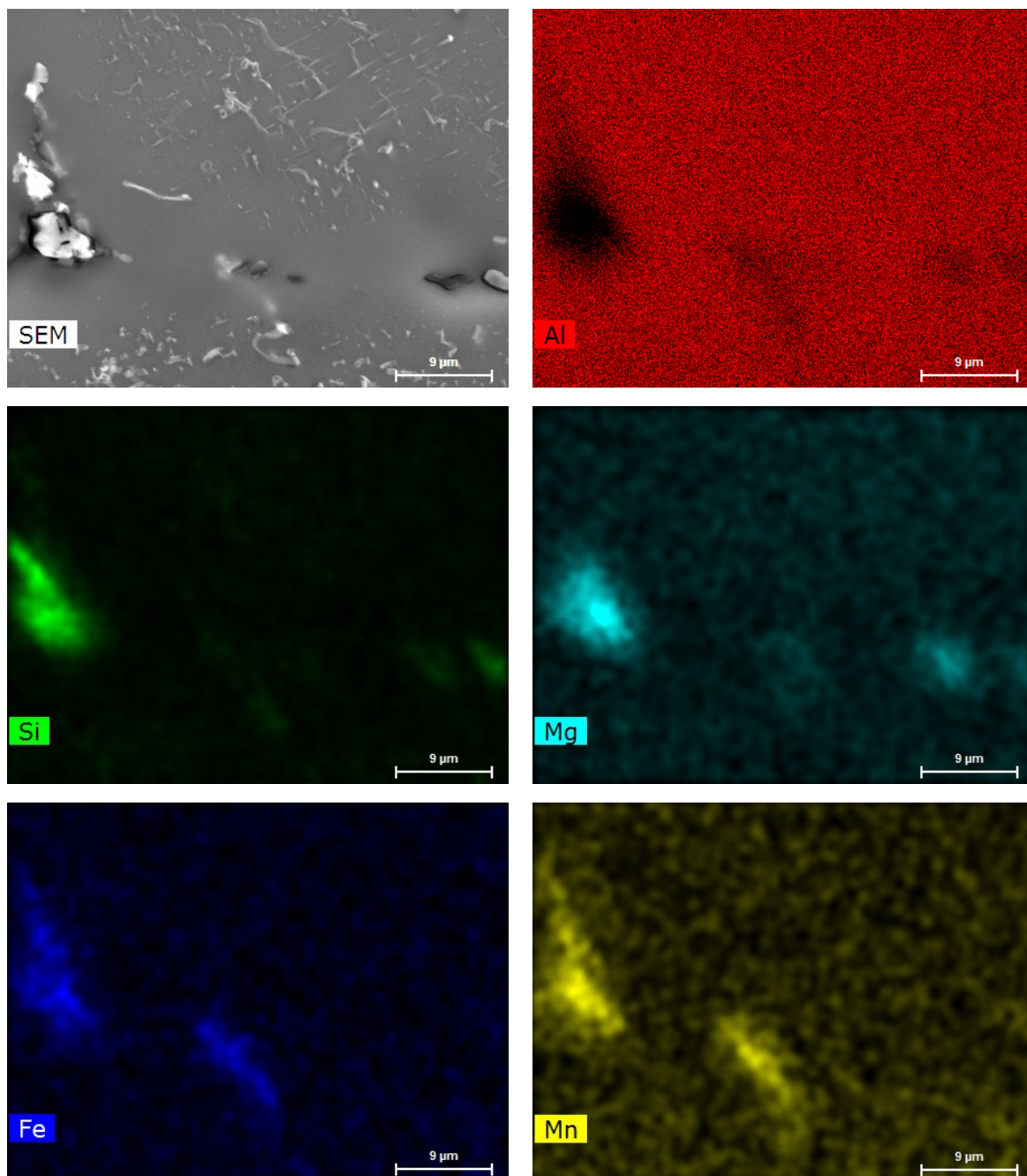


Figura 4.10 – Mapas da distribuição do Al, Si, Mg, Fe e Mn obtidos por EDS numa amostra 6082 contendo uma fronteira de grão. Na figura é também apresentada a imagem SEM a área analisada.

Apesar do elevado número de precipitados ao longo de toda a matriz de alumínio, verifica-se uma concentração mais acentuada na extremidade do perfil da amostra. Estes precipitados possuem uma forma alongada e de grandes dimensões (presumivelmente precipitados também de β -AlFeSi). No interior do grão também se observam precipitados, contudo com uma forma menos alongada e de menores dimensões quando comparados com os precipitados presentes na fronteira de grão. Este tipo de comentário, incidindo sobre um conjunto limitado de observações, não permite uma conclusão fundamentada mas pode indiciar a presença de uma camada exterior distinta, decorrente dos processos de refusão e segregação inversa já discutidos anteriormente.

Foi também detetada a presença de precipitados com grandes dimensões de Fe-Si-Mg em alguns locais da fronteira de grão (Figura 4.10). Como novidade relativamente às restantes ligas, encontrou-se aqui também uma presença visível de Mn, associado ao Fe. Trata-se de uma situação compreensível atendendo a que a liga 6082 é a liga mais rica em Mn de entre todas as estudadas, com valores que chegam a atingir um fator de cinco em termos de razão em concentração (Tabela 3.1).

4.1.2 Caracterização mecânica

Para a realização dos ensaios de dureza foram apenas selecionadas algumas amostras da extremidade e ao longo da parte central do bilette. Em seguida serão apresentados os valores médios obtidos com estas amostras nos ensaios de microdureza de Vickers.

Pela análise da Figura 4.11, com os resultados de microdureza de Vickers do conjunto de amostras 6060, podemos observar que os valores mais elevados de dureza se apresentam no centro do bilette. Nas extremidades observam-se os valores mais baixos de microdureza. A variação máxima de durezas foi de 11%.

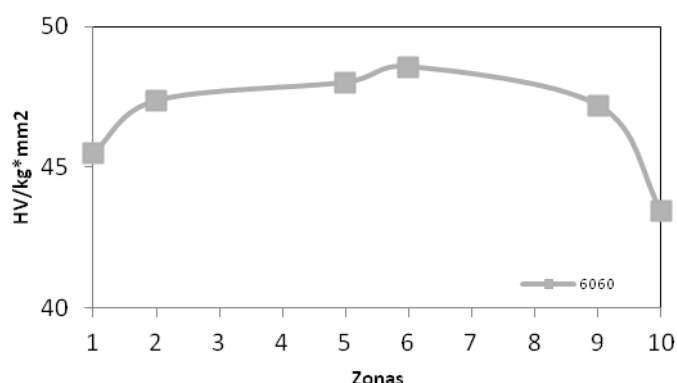


Figura 4.11 – Representação gráfica dos resultados de microdureza de Vickers do conjunto de amostras 6060.

Da análise da microdureza do conjunto de amostras 6061, apresentada na Figura 4.12, verifica-se uma tendência semelhante à anteriormente referida, com os maiores valores no centro da amostra, nomeadamente nas zonas 5 e 6, e os valores mais reduzidos nas extremidades do bilet. A variação máxima de durezas foi de aproximadamente 8%.

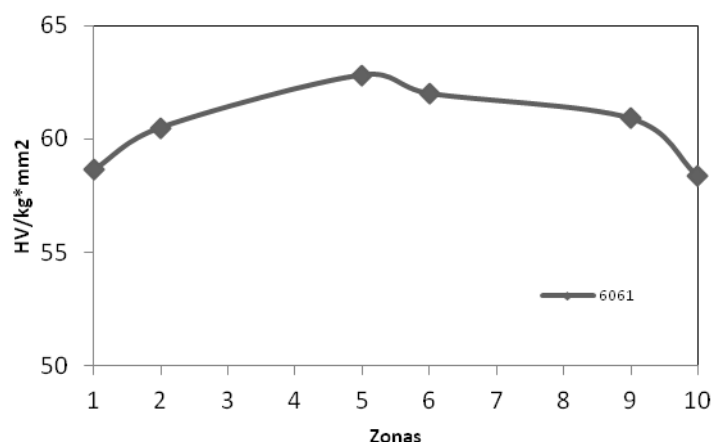


Figura 4.12 – Representação gráfica dos resultados de dureza de Vickers do conjunto de amostras 6061.

Pela Figura 4.13, para o conjunto de amostras 6063, os valores de dureza mais elevados corresponde à amostra 6063 do fornecedor α , principalmente no que diz respeito à extremidade da amostra. Como aconteceu com as ligas anteriores os valores mais elevados de dureza encontram-se no centro da amostra. As variações máximas de durezas foram aproximadamente de 30 % e 7% para, respetivamente, a amostra 6063 do fornecedor β e para a amostra 6063 do fornecedor α .

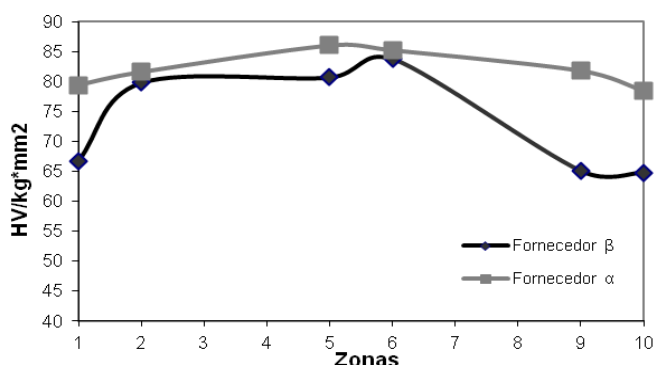


Figura 4.13 – Representação gráfica dos resultados de dureza de Vickers do conjunto de amostras 6063.

Como se pode observar pela Figura 4.14, para o conjunto de amostras 6082, os valores de dureza mais elevados encontram-se de novo no centro da amostra. O valor máximo de dureza na zona 9 parece desviar-se da tendência geral do comportamento desta e das anteriores ligas, presumindo-se estar influenciado por erro experimental, não lhe sendo por isso atribuído especial significado. A variação máxima de durezas foi igual a 0,06%.

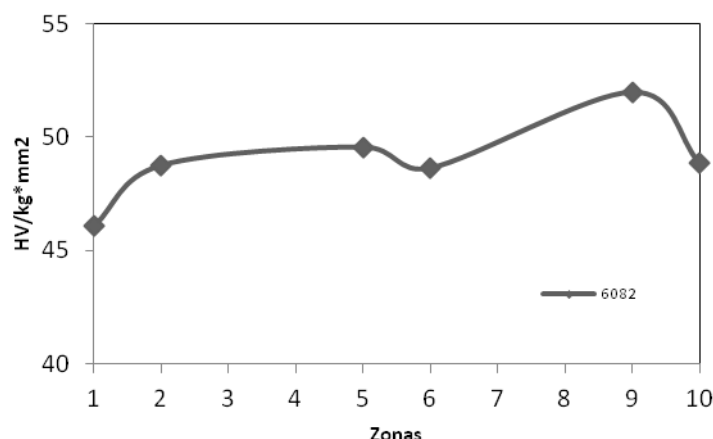


Figura 4.14 – Representação gráfica dos resultados de dureza de Vickers do conjunto de amostras 6082.

Os resultados anteriores permitem concluir que os bilhetes apresentam uma variação da dureza ao longo da sua secção. No entanto, esta variação não ultrapassa 13%.

O aumento da dureza média apresentada pelos bilhetes segundo a sequência seguinte das ligas 6060, 6061 e 6063 pode ser justificado com base no aumento do teor em elementos de liga nos bilhetes. O valor médio relativamente reduzido da dureza exibido pela liga 6082 (que apresenta o maior teor de elementos de liga) pode ser justificado com base numa combinação menos favorável do teor dos elementos de liga, fração volúmica, tamanho e composição química dos precipitados presentes no bilete.

Uma característica comum a todas as ligas analisadas é o aumento da dureza na zona central do bilete relativamente às zonas periféricas. Isto poderá resultar de diferentes velocidades de arrefecimento da bilete durante a sua produção que conduzem a um maior endurecimento no núcleo dos bilhetes.

4.2 Caracterização do material após tratamento térmico

O objetivo do pré-aquecimento antes do bilete entrar na extrusora é aumentar a ductilidade do material, reduzir a pressão de extrusão e promover a solubilização e

homogeneização do bilete antes do processo de extrusão, já que é muito reduzido o tempo de residência no pico de temperatura gerado durante a extrusão propriamente dita. Assim, o pré-aquecimento do bilete contribui para uma condição mais favorável na extrusão.

No âmbito do presente trabalho efetuou-se um estudo em ambiente laboratorial do efeito de diferentes percursos térmicos na microestrutura e propriedades mecânicas de algumas amostras. O conjunto das amostras estudadas foi sujeito a um ciclo térmico à temperatura de 420 °C, 460 °C e 500 °C, durante 20 minutos e 40 minutos, consoante o ciclo pretendido. Após esta fase, todos os materiais foram submetidos a um mesmo aumento final de temperatura, de forma a simular o aumento da temperatura devido ao processo de extrusão. Os resultados das microdurezas de Vickers e de microscopia eletrónica de varrimento com recurso a EDS são apresentados de seguida.

4.2.1. Caraterização mecânica

Foi efetuada uma seleção prévia do conjunto de amostras que posteriormente sofreriam um ciclo térmico. Pela análise dos resultados das Figuras 4.10 e 4.11, pudemos observar que as amostras 6060_2 a 6060_9, e 6061_2 a 6061_9, respetivamente, estavam entre as que possuem os valores mais elevados e constantes de dureza na condição inicial dos billetes das ligas 6060 e 6061. Assim, foram selecionadas as amostras 6060_2, 6060_5 e 6060_7, e as amostras 6061_2, 6060_5 e 6061_7, para realizar o estudo do efeito do ciclo térmico antes da extrusão, nas ligas 6060 e 6061.

Na Tabela 4.1 são apresentados os valores médios de dureza das amostras antes e após ciclo térmico. Através da análise da tabela verifica-se que, para os conjuntos de amostras 6060-T houve tendencialmente um aumento de dureza após ciclo térmico. Contudo para a liga 6061 verificou-se um aumento pouco significativo ou mesmo diminuição de dureza após o ciclo térmico.

Nas Figuras 4.15 e 4.16 são novamente apresentados os resultados de microdureza de Vickers obtidos para ambas as ligas após tratamento térmico a 420 °C, 460 °C e 500 °C durante 20 min, explorando deste modo a mais-valia da comunicação gráfica. Estes resultados permitem verificar que, exceto para o ciclo de 460 °C da liga 6061, as amostras após tratamento térmico apresentam um aumento do valor da dureza média, sendo este aumento mais significativo na liga 6060. Embora estas variações se encontrem numa gama de valores relativamente reduzida, isto mostra que a etapa de aquecimento dos bilhetes antes do processo de extrusão promove alterações microestruturais das ligas que podem contribuir positiva ou negativamente para um aumento da resistência mecânica da peça extrudida e/ou após envelhecimento artificial.

Tabela 4.1 – Valores de microdureza média do conjunto de amostras antes e após ciclo térmico.

Liga	Temperatura (°C)	Antes do tratamento térmico	Após ciclo térmico (20 minutos)	Após ciclo térmico (40 minutos)
6060	420	47,4	60,0	55,5
	460	48,0	49,1	52,1
	500	48,6	54,7	58,0
	Média	48,0	54,6	55,2
6061	420	60,5	62,0	64,0
	460	62,8	60,2	57,2
	500	62,0	66,8	63,3
	Média	61,8	63,0	61,5

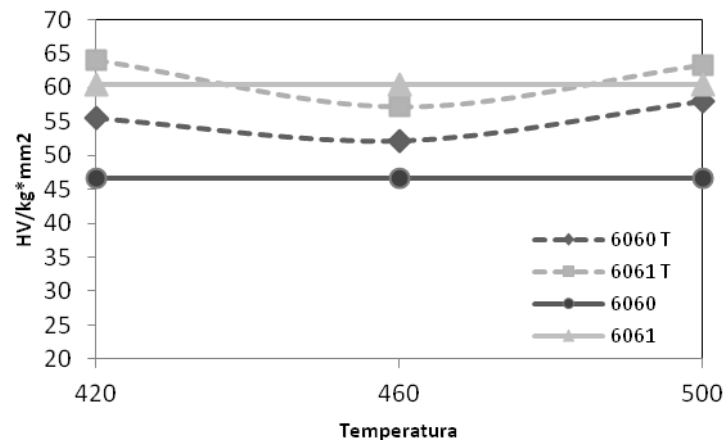


Figura 4.15 - Resultados de microdureza obtidos nas ligas 6060 e 6061 antes e após tratamento térmico a 420 °C, 460 °C e 500 °C durante 20 minutos.

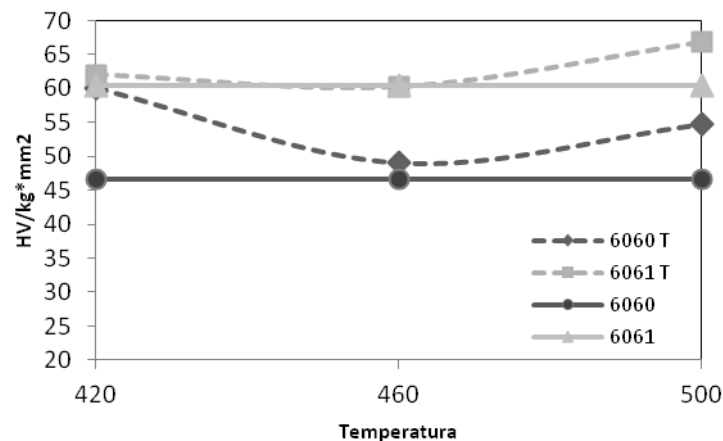


Figura 4.16 – Resultados de microdureza obtidos nas ligas 6060 e 6061 antes e após tratamento térmico a 420 °C, 460 °C e 500 °C durante 40 minutos.

Como comentário global aos resultados agora apresentados importa salientar o que parecem ser diferentes sensibilidades das ligas ao percurso térmico antes da extrusão, o que implica a necessidade de um cuidado especial em situações envolvendo tempos de extrusão longos, associados a perfis finos ou a condições específicas de reduzidas velocidades de extrusão, determinadas pelas características do extrudido.

4.2.2. Caraterização microestrutural

Para se estudar o efeito do tratamento térmico na microestrutura das ligas selecionou-se o conjunto de amostras 6060_2T_420/20, 6060_5T_460/20, 6060_7T_500/20, 6061_2T_420/20, 6061_5T_460/20 e 6061_7T_500/20 para análise por SEM. Este conjunto inclui exemplos de situações onde aparentemente se verifica uma sensibilidade ou não em relação ao tratamento térmico. Como não se verifica uma influência acentuada do tempo de espera nos valores finais de dureza, apenas foi selecionado o tempo de 20 minutos.

a) Liga 6060

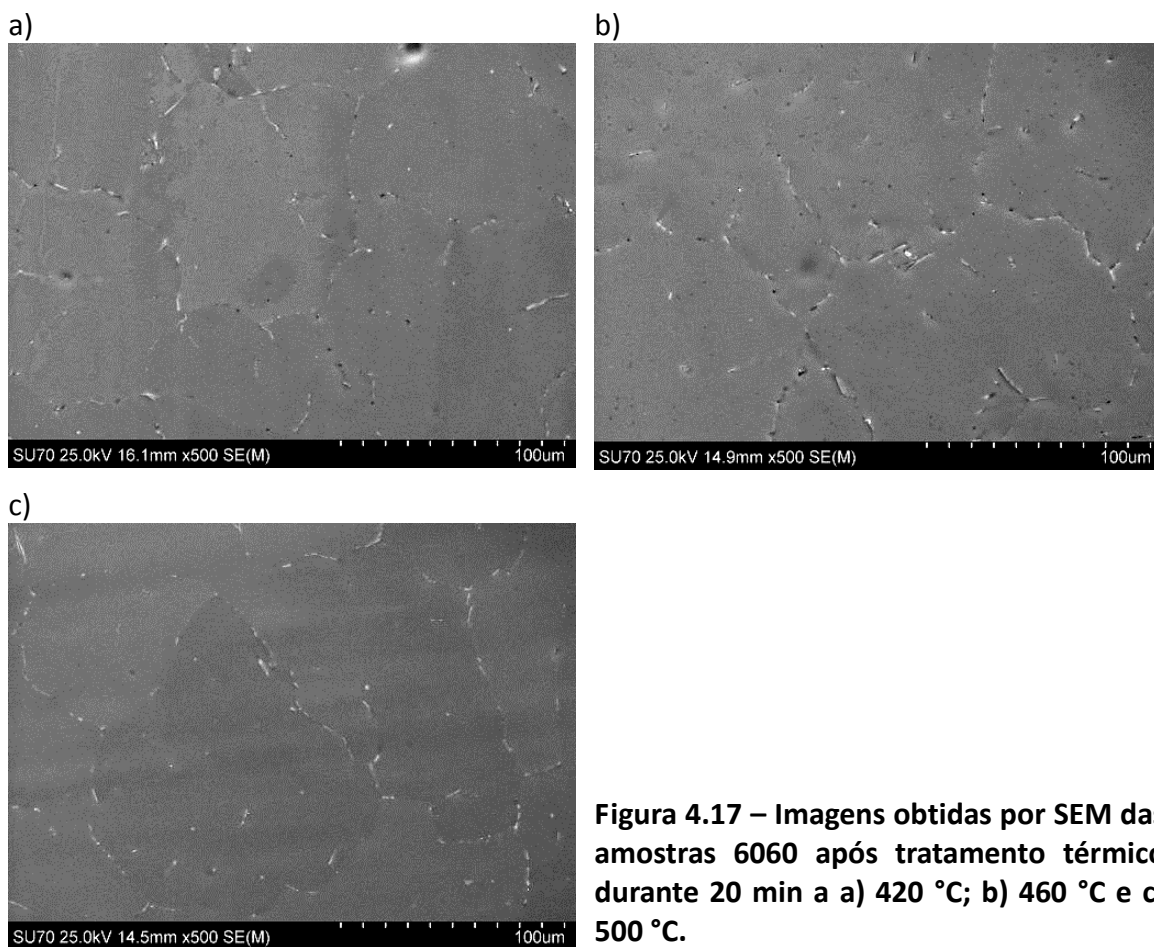


Figura 4.17 – Imagens obtidas por SEM das amostras 6060 após tratamento térmico durante 20 min a a) 420 °C; b) 460 °C e c) 500 °C.

Na Figura 4.17 são apresentadas as imagens obtidas por SEM em amostras da liga 6060 após tratamento térmico durante 20 min. A comparação destes resultados com os obtidos para o material inicial (Figura 4.1) mostra que a principal alteração microestrutural visível durante o ciclo é uma ligeira diminuição da razão de aspeto dos precipitados localizados na fronteira de grão térmico, mais evidente após o ciclo a 500 °C. Como foi referido anteriormente, esta transformação dos precipitados β -AlFeSi em α -AlFeSi deverá ter um efeito positivo na ductilidade da liga e na qualidade do acabamento superficial das peças após a operação de extrusão.

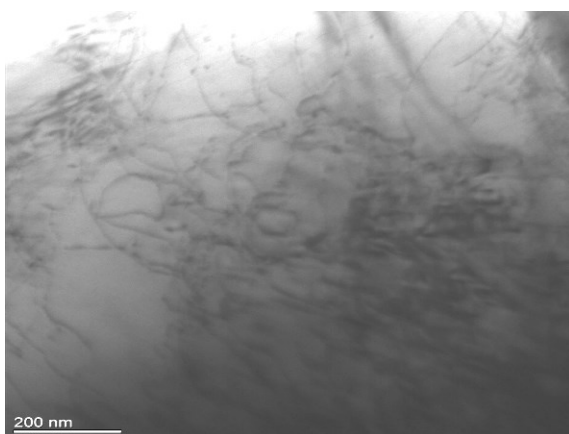


Figura 4.18 – Imagens obtidas por TEM da amostra 6060 após tratamento térmico durante 20 min a 500 °C.

A análise por TEM mostra que a microestrutura do material no interior dos grãos antes e após tratamento térmico a 500 °C durante 20 min (Figura 4.3 e Figura 4.18, respetivamente) é semelhante. Com efeito, em ambos os casos não foram observados precipitados no interior dos grãos, sendo a microestrutura caracterizada pela presença de deslocações.

b) Liga 6061

Para a liga 6061, as observações microestruturais por SEM após ciclo térmico (Figura 4.19) permitem verificar que as amostras apresentam uma estrutura mais homogénea do que antes do tratamento térmico (Figura 4.4). Em particular, verifica-se diminuição do número e tamanho dos precipitados de AlFeSi presentes nas fronteiras de grão, mas principalmente dos precipitados no interior dos grãos de alumínio.

De referir que a redução do tamanho deste último tipo de precipitados foi também confirmada por TEM (Figuras 4.6 e 4.20). Isto sugere que o pré-aquecimento dos bilhetes a uma temperatura entre 420 °C e 500 °C durante um período de 20 minutos promove modificações microestruturais na amostra que poderão conduzir a alterações nas

propriedades da liga. Parece também notar-se um efeito mais acentuado neste processo de homogeneização com o aumento da temperatura de tratamento.

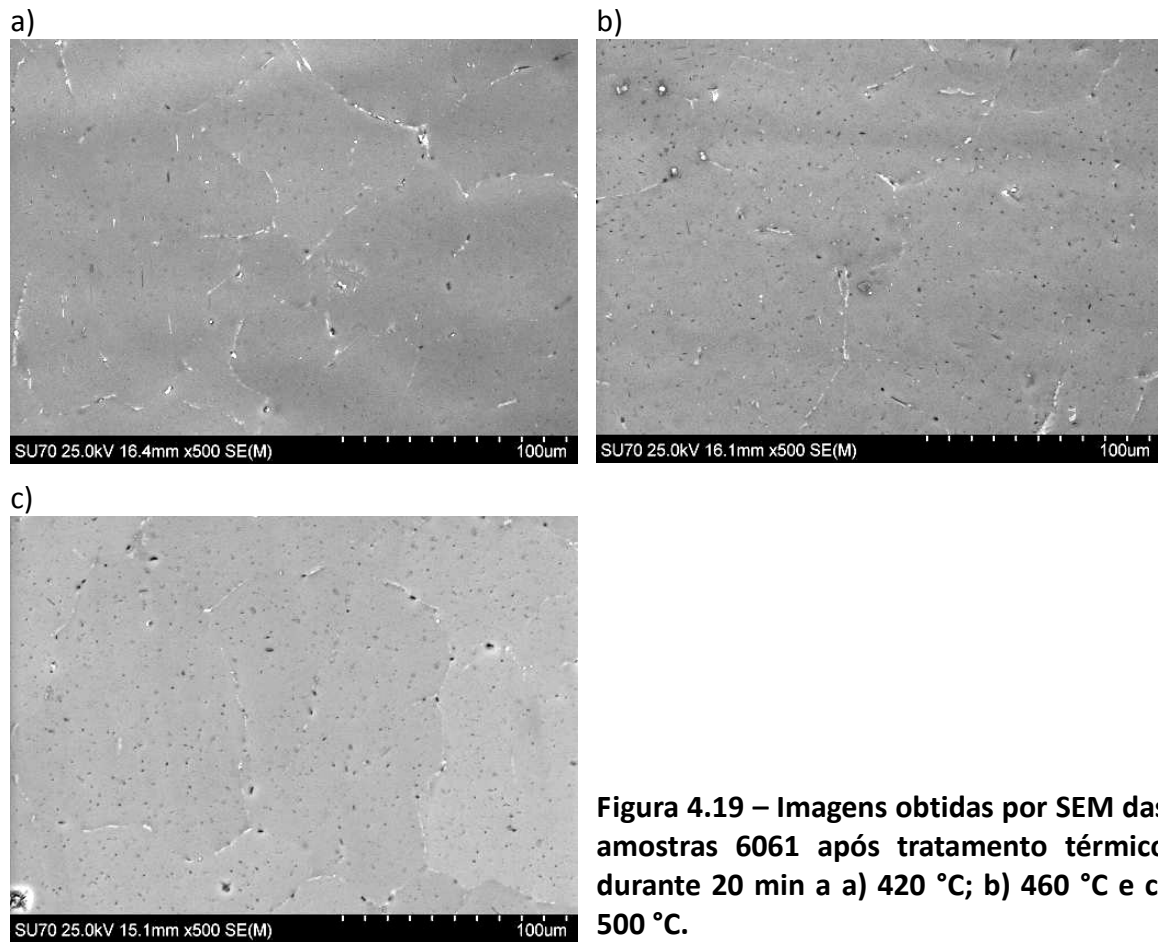


Figura 4.19 – Imagens obtidas por SEM das amostras 6061 após tratamento térmico durante 20 min a a) 420 °C; b) 460 °C e c) 500 °C.

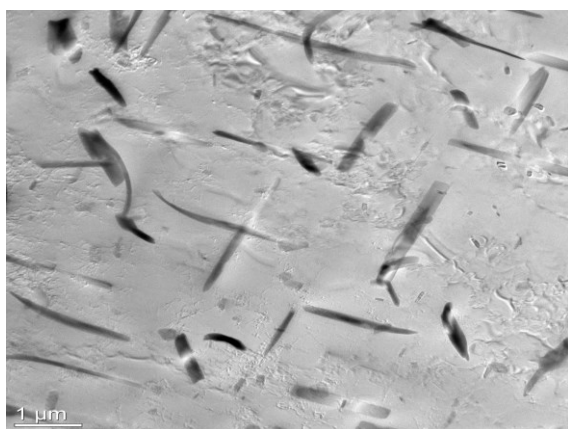


Figura 4.20 – Imagens obtidas por TEM numa zona do interior dos grãos da amostra 6061 após tratamento térmico durante 20 min a 500 °C.

Com base na análise das observações microestruturais realizadas nas amostras sujeitas a ciclo térmico (Figura 4.19), admite-se que ocorreu transformação do composto intermetálico β -AlFeSi, caracterizado pela sua forma alongada, no α -AlFeSi, de forma mais arredondada. Contudo, a liga 6061 foi aquela que sugeriu menor sensibilidade ao tratamento térmico, como se verificou nos valores de dureza antes apresentados. Isto poderá significar que estes precipitados de AlFeSi são pouco influentes em termos do comportamento mecânico da liga, sendo mais influentes na qualidade do acabamento superficial das peças extrudidas.

Para tentar obter alguma informação relevante para a compreensão da relação entre propriedades mecânicas e microestruturas obtidas por SEM, selecionaram-se as amostras que apresentaram o maior e menor aumento de dureza após realização do ciclo térmico (6060_2T_420/20 e 6060_5T_460/20 da liga 6060 e 6061_5T_420/20 e 6061_7T_500/20 da liga 6061).

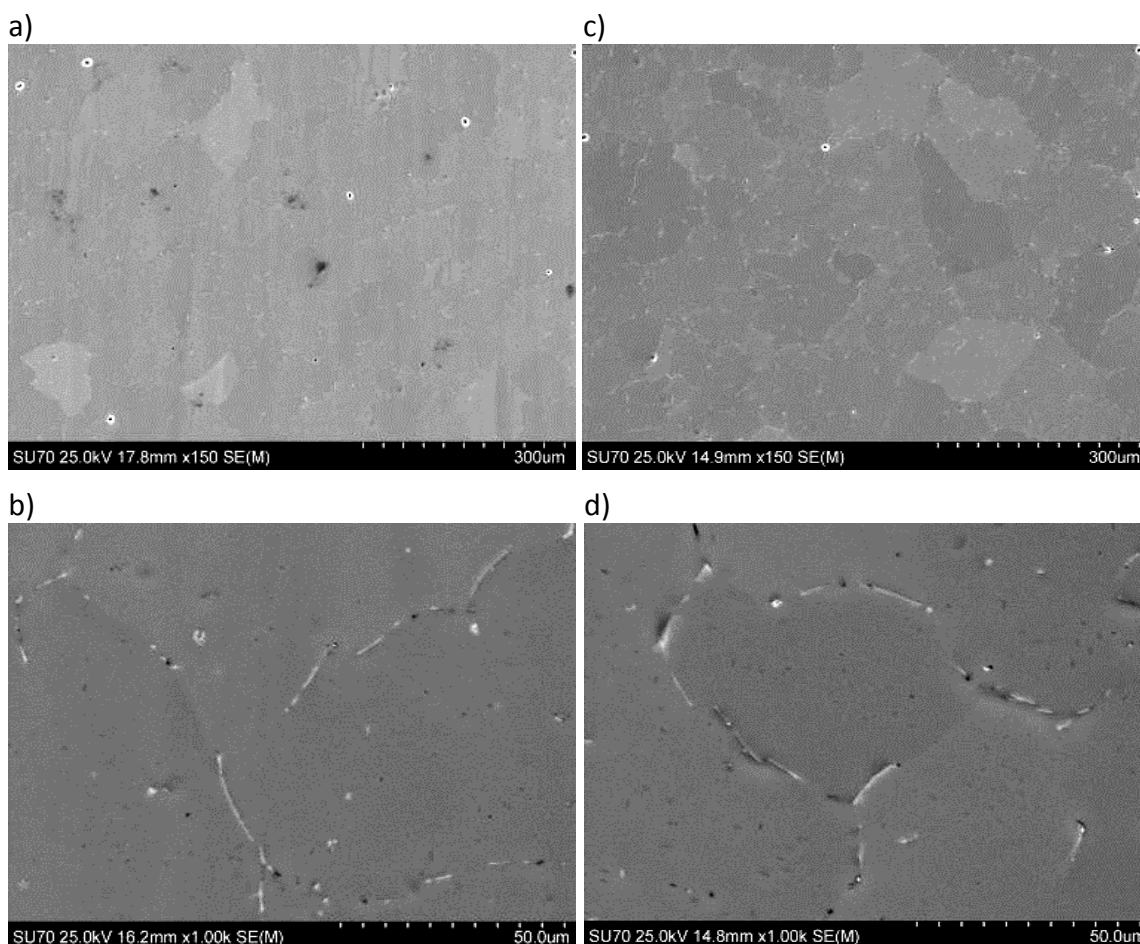


Figura 4.21 – Imagens obtidas por SEM da amostra 6060_2T_420/20 (coluna da esquerda) e na amostra 6060_5T_460/20 (coluna da direita).

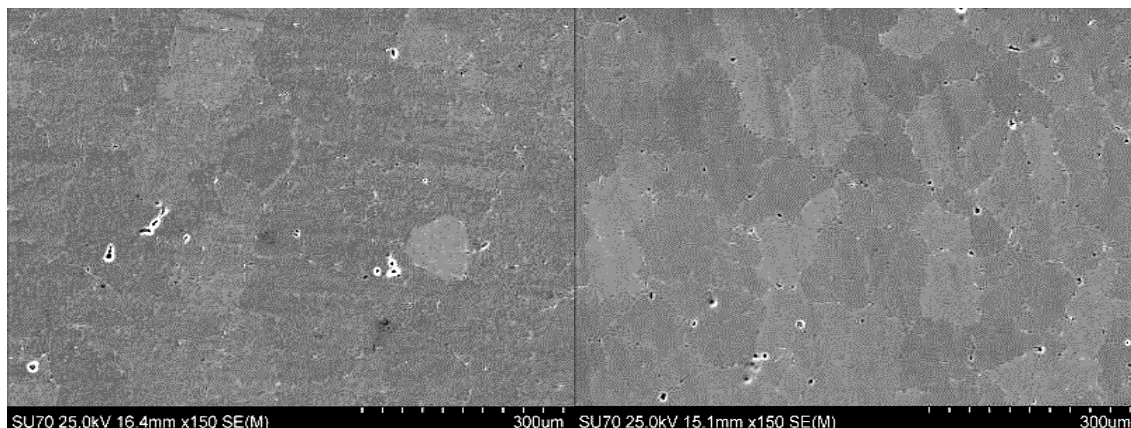


Figura 4.22 – Imagens obtidas por SEM da amostra 6061_5T_460/20 (esquerda) e da amostra 6061_7T_500/20 (direita).

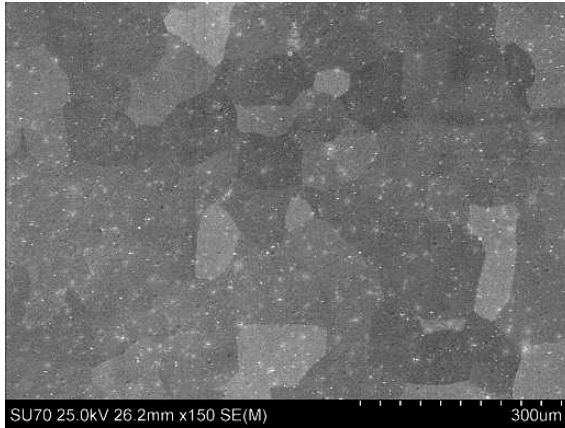
Através da observação das imagens das Figuras 4.21 e 4.22 conclui-se que, para ambas as ligas, as microestruturas exibidas após tratamento térmico a 420 °C e 460 °C durante 20 minutos são semelhantes, sendo difícil tentar alguma explicação credível sobre a variação verificada na dureza destes materiais antes e após tratamento térmico com base nas observações microestruturais realizadas

4.3. Estudo do perfil extrudido.

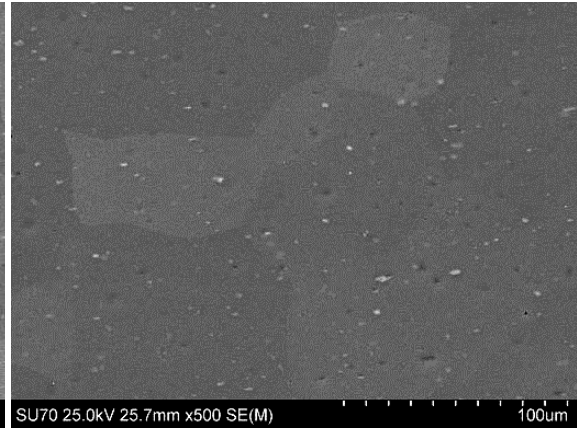
O perfil extrudido fornecido pela empresa Extrusal apresentava um defeito visível, e por isso foi efetuada uma análise por SEM/EDS para determinar-se a origem desse defeito. Esta análise permitiu associar o defeito a uma inclusão de óxido de alumínio, provavelmente originada durante a operação de limpeza da superfície do bilete antes da extrusão. Esta observação permitiu ainda verificar a existência de uma microestrutura relativamente homogênea com precipitados finos e dispersos na matriz de alumínio (Figura 4.23).

Esta microestrutura é o resultado do conjunto de processos a que o bilete inicial foi submetido, nomeadamente o pré-aquecimento, a extrusão e endurecimento por envelhecimento. Relativamente às amostras não extrudidas, as principais diferenças microestruturais são a ausência de porosidade e dos precipitados alongados nas fronteiras de grão. Ambas as alterações são justificadas pelos elevados valores de deformação impostos durante a extrusão, que conduzem à eliminação da porosidade inicial dos biletos e a fratura de precipitados.

a)



b)



c)

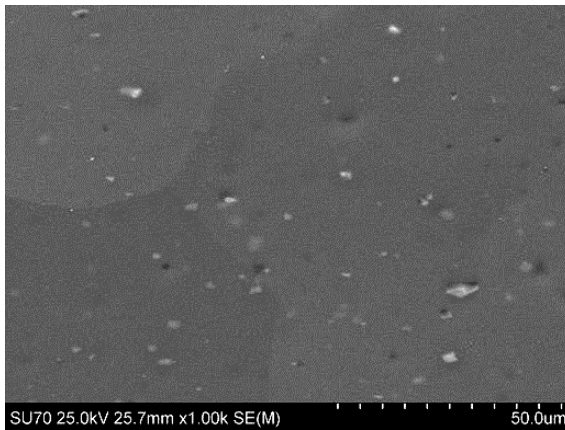


Figura 4.23 – Imagens obtidas por SEM num perfil extrudido em condições padrão.

Capítulo 5

Conclusões e

Propostas de Trabalho Futuro

5.1 Conclusões

O presente trabalho tinha como principal objetivo a caracterização do grau de homogeneidade e do efeito do tempo de espera do bilete pré-aquecido antes da etapa de extrusão de ligas de alumínio usadas pela empresa Extrusal. A realização deste trabalho tornou-se possível graças a um salto qualitativo significativo nas condições usadas até agora na preparação de amostras para observação microestrutural, fruto da exploração de condições ajustadas de polimento eletrolítico.

Para além desta mais-valia no plano experimental, o trabalho permitiu concluir que biletos de diferentes ligas parecem encontrar-se em condições de homogeneização distintas e exibir distintas sensibilidades em relação ao percurso térmico pré-extrusão. Contudo, nenhuma liga exibiu evidência de condicionantes sérias relativamente à eficácia dos processos padrão de extrusão e envelhecimento artificial.

De forma sumária, são as seguintes as principais observações e conclusões:

1. A liga 6060 exibe pequenos poros no interior dos grãos (devidos, provavelmente, a arrancamento de precipitados e à contração do bilete durante a solidificação), e uma linha quase contínua de precipitados alongados de β -AlFeSi presentes nas fronteiras de grão. Não foi detetada por SEM ou TEM a presença de precipitados no interior dos grãos.
2. A liga 6061 possui igualmente pequenos poros e uma linha quase contínua de precipitados alongados de β -AlFeSi nas fronteiras de grão. Contudo, contrariamente ao observado na liga 6060, foi observada a presença de quantidades significativas de precipitados, também de forma alongada, no interior dos grãos.
3. Na liga 6061 parece poder identificar-se a presença de um gradiente de concentração de precipitados entre periferia e interior, típico do esperado numa

situação de camada de refusão/segregação inversa. Trata-se da observação mais óbvia deste tipo de fenómeno no conjunto das ligas observadas.

4. Na liga 6063 ocorre igualmente a presença de precipitados alongados nas fronteiras de grão. No entanto, as imagens obtidas sugerem a ocorrência de um ataque químico preferencial durante o polimento eletrolítico das amostras, efeito que condicionou fortemente a análise da microestrutura e da composição química dos precipitados da liga 6063.

5. A liga 6082 exhibe características microestruturais semelhantes às da liga 6061. Como novidade relativamente às restantes ligas, foi detetada a presença de Mn associado ao Fe, situação compreensível atendendo a que a liga 6082 é a mais rica em Mn de entre todas as estudadas.

6. Na liga 6082 as observações realizadas sugerem a presença de uma concentração mais acentuada de precipitados na extremidade do perfil da amostra, não permitindo contudo uma identificação fundamentada da ocorrência de processos de refusão/segregação inversa já referidos anteriormente.

7. Os ensaios de dureza realizados ao longo do diâmetro dos biletos de todas as ligas revelaram, de forma sistemática, níveis superiores de dureza no centro do bilote relativamente à periferia. Tratando-se de amostras sem adequado envelhecimento artificial, a ordem relativa das durezas entre ligas não permite extrair conclusões, parecendo contudo óbvia a influência das esperadas diferentes velocidades de arrefecimento na periferia e no interior dos biletos.

8. Os ensaios de tratamento térmico realizados a várias ligas, simulando o efeito de espera de biletos pré-aquecidos antes da extrusão, revelaram distintas sensibilidades entre ligas, com a liga 6060 exibindo um aumento apreciável de dureza relativamente ao observado com a liga 6061.

9. Os ensaios de tratamento térmico evidenciaram ainda que o simples percurso térmico imposto às ligas originou, em geral, um arredondamento dos precipitados longos observados nos biletos na sua condição original, evolução desejável em termos de qualidade de acabamento superficial das peças extrudidas.

10. O conjunto de precipitados observados nas diferentes condições experimentais nunca permitiu a identificação relevante da presença de Mg_2Si , agente essencial do endurecimento das ligas da série 6xxx. Assim, admite-se que estes elementos de liga (Mg e Si) se encontram em solução sólida, disponíveis para o processo de envelhecimento artificial a que estas ligas são normalmente sujeitas. Na realidade, embora o Si se encontrasse parcialmente combinado no composto $AlFeSi$, a sua concentração nominal em todas as ligas ensaiadas excede largamente o necessário para a combinação preferencial com o Fe (e Mn, quando presente).

11. As etapas de processamento mecânico e térmico a que um perfil extrudido é submetido em condições padrão de extrusão melhoram significativamente a microestrutura do material, obtendo-se uma matriz mais homogênea, com tamanho médio de grão mais reduzido e apenas com alguns precipitados arredondados de α -AlFeSi finamente distribuídos na matriz de alumínio. Esta observação parece confirmar a eficácia do processo de extrusão em termos de desenvolvimento microestrutural.

5.2. Propostas de Trabalho Futuro

O trabalho agora concluído deixa em aberto um número elevado de questões, algumas decorrentes da ausência de ensaios comparativos (ligas estudadas somente em alguns casos), outras decorrentes de limitações experimentais (polimento ainda ineficaz em algumas situações), algumas ainda como resultado das condições de ensaio disponíveis em termos laboratoriais (impossibilidade de extrudir ligas de Al). Assim, seria do maior interesse que em trabalhos futuros se considerassem os seguintes pontos:

1. No plano experimental, otimizar as condições de polimento eletrolítico, no sentido de garantir uma observação adequada de todas as microestruturas, em todos os tipos de ligas.
2. No plano da programação de ensaios, separar os contributos em termos de desenvolvimento microestrutural dos processos de espera a temperatura elevada e passagem pelo pico de temperatura observado na extrusão. Na realidade, nos ensaios agora feitos usou-se sempre a combinação dos dois efeitos, pelo que fica por elucidar o contributo separado de cada um deles.
3. Completar as observações microestruturais, nomeadamente por TEM, inexistentes em muitas situações, que deixaram em aberto muitas questões relacionadas com características microestruturais não observáveis por SEM.
4. Completar os ensaios de dureza, inexistentes em algumas situações, facultando indicadores adicionais da evolução sofrida pelas ligas no seu percurso térmico. Complementar este estudo com ensaios de tração.
5. Completar o quadro comparativo (valores de dureza e observações por SEM e TEM) entre ligas à entrada na Extrusal e após extrusão em condições industriais padrão. Os ensaios laboratoriais não conseguem simular mais do que o percurso térmico, como tal originando condições distintas das observadas após extrusão sob pressão.

6. Multiplicar o número de observações microestruturais tendo em vista a identificação de processos de refusão/segregação inversa, condição essencial para se conseguir extrair conclusões fundamentadas sobre a condição dos biletos.
7. Desenvolver o processo de análise de imagem para quantificar a conversão de β -AlFeSi em α -AlFeSi, parâmetro essencial em termos de garantia da ausência de precipitados potenciadores de defeitos superficiais nas peças extrudidas.

ANEXOS

Valores de dureza medidos nas diferentes amostras e zonas

1. Biletos

Liga 6060					
Zona 1	Zona 2	Zona 5	Zona 6	Zona 9	Zona 10
46,5	48,2	48,8	51,7	48,7	44,2
44,4	48,0	46,2	49,2	44,3	44,0
46,0	45,9	47,7	47,7	47,8	42,9
43,3	46,8	46,7	49,2	45,6	44,4
46,1	47,2	47,9	46,9	48,9	46,0
44,3	45,4	48,9	49,1	48,7	42,0
43,3	48,6	47,7	50,1	48,3	42,4
44,0	48,4	47,5	47,3	45,1	42,2
47,7	46,7	49,3	48,3	48,0	44,6
45,3	48,3	49,6	46,3	46,6	41,6
Média: 45,5	Média: 47,4	Média: 48,0	Média: 48,6	Média: 47,2	Média: 43,4
Desvio padrão: 1,5	Desvio padrão: 1,1	Desvio padrão: 1,1	Desvio padrão: 1,6	Desvio padrão: 1,7	Desvio padrão: 1,4

Liga 6061					
Zona 1	Zona 2	Zona 5	Zona 6	Zona 9	Zona 10
57,4	58,8	63,2	59,7	57,8	58,2
59,1	63,7	65,4	62,4	58,7	60,6
55,7	59,7	64,2	64,7	62,8	57,1
62,9	60,0	57,7	63,0	60,3	58,1
62,7	61,6	64,5	57,9	58,4	58,5
58,8	57,2	57,5	60,2	63,7	57,4
58,7	57,1	62,6	65,0	62,4	58,8
57,1	61,4	64,0	64,0	61,6	59,4
58,1	63,0	58,8	61,0	63,4	57,1
55,7	62,4	61,9	62,4	59,9	58,2
Média: 58,6	Média: 60,5	Média: 62,8	Média: 62	Média: 60,9	Média: 58,4
Desvio padrão: 2,5	Desvio padrão: 2,3	Desvio padrão: 3,0	Desvio padrão: 2,2	Desvio padrão: 2,2	Desvio padrão: 1,1

Liga 6063: fornecedor α					
Zona 1	Zona 2	Zona 5	Zona 6	Zona 9	Zona 10
74,9	81,7	85,7	85,8	80,7	79,9
80,7	81,2	84,2	82,8	81,7	77,8
81,2	81,7	85,2	88,9	79,9	80,7
78,3	80,7	84,7	84,7	82,2	80,2
79,8	80,9	86,8	82,8	80,7	81,7
80,2	81,2	86,2	84,7	80,2	80,7
80,7	79,3	85,7	87,9	82,3	78,4
79,7	81,7	87,9	84,2	83,1	74,6
79,3	83,1	86,2	84,7	84,7	78,8
78,1	82,2	87,9	86,2	82,2	76,9
Média: 79,4	Média: 81,6	Média: 86,0	Média: 85,3	Média: 81,8	Média: 78,4
Desvio padrão: 1,8	Desvio padrão: 1,0	Desvio padrão: 1,3	Desvio padrão: 2,0	Desvio padrão: 1,5	Desvio padrão: 1,7

Liga 6063: fornecedor β					
Zona 1	Zona 2	Zona 5	Zona 6	Zona 9	Zona 10
65,2	78,8	80,6	85,9	64,4	64,7
64,6	80,7	81,7	83,7	63,9	66,3
68,2	80,3	79,0	85,2	66,7	64,7
64,6	80,7	80,2	81,7	65,9	66,3
64,3	77,5	81,7	82,8	62,9	65,3
65,9	79,7	81,2	86,2	66,7	64,3
67,4	78,8	80,2	80,7	66,3	65,3
68,6	79,7	80,3	83,7	65,3	65,6
66,6	80,7	79,8	82,8	64,7	63,9
70,0	81,1	80,2	84,7	63,7	62,3
Média: 66,7	Média: 79,8	Média: 80,7	Média: 83,7	Média: 65,0	Média: 64,8
Desvio padrão: 2,8	Desvio padrão: 1,3	Desvio padrão: 0,7	Desvio padrão: 1,8	Desvio padrão: 1,4	Desvio padrão: 1,2

Liga 6082					
Zona 1	Zona 2	Zona 5	Zona 6	Zona 9	Zona 10
44,9	51,6	46,1	45,5	47,6	49,7
44,3	49,6	50,6	47,1	56,8	51,7
46,2	46,9	43,1	48,7	50,1	49,9
47,2	48,4	51,6	45,8	56,2	47,7
46,5	49,6	44,7	48,3	49,0	48,9
45,2	45,6	55,0	50,6	54,5	45,1
48,7	49,8	48,9	49,2	50,1	49,1
46,5	50,7	51,5	53,2	53,8	47,4
45,3	48,7	48,3	45,1	51,7	47,9
46,1	46,7	55,8	52,8	49,9	51,1
Média: 46,1	Média: 48,8	Média: 49,6	Média: 48,6	Média: 52,0	Média: 48,9
Desvio padrão: 1,3	Desvio padrão: 1,9	Desvio padrão: 4,2	Desvio padrão: 2,9	Desvio padrão: 3,2	Desvio padrão: 1,9

2. Amostras sujeitas a tratamento térmico

Ciclo térmico 6060					
6060_420/20	6060_460/20	6060_500/20	6060_420/40	6060_460/40	6060_500/40
58,4	51,2	55,3	55,7	51,6	57,3
56,8	47,2	53,7	50,1	53,7	55,7
56,7	48,3	56,4	58,8	52,1	61,7
60,0	47,0	55,2	55,0	49,9	55,0
60,3	47,3	55,8	56,9	54,4	60,2
58,8	50,9	54,8	57,7	50,6	56,9
62,4	49,9	54,8	51,7	51,5	58,5
61,9	48,6	57,4	51,3	52,9	60,2
63,5	50,8	52,1	60,3	52,1	58,2
61,3	49,4	51,7	56,9	52,1	56,4
Média: 60,0	Média: 49,1	Média: 54,7	Média: 55,5	Média: 52,1	Média: 58,0
Desvio padrão: 2,3	Desvio padrão: 1,6	Desvio padrão: 1,8	Desvio padrão: 3,4	Desvio padrão: 1,3	Desvio padrão: 2,2

Ciclo térmico 6061					
6061_420/20	6061_460/20	6061_500/20	6061_420/40	6061_460/40	6061_500/40
63,7	60,6	69,6	63,4	57,1	67,7
60,5	59,1	63,5	62,9	57,5	66,1
60,6	61,6	70,0	65,9	55,7	60,8
60,8	59,0	62,4	66,1	56,1	64,5
62,6	62,2	67,7	67,0	54,0	64,2
65,2	62,1	66,5	63,4	59,1	62,7
59,9	60,6	64,5	61,0	53,8	61,1
64,0	61,4	67,2	63,5	61,0	59,1
65,1	58,0	69,6	63,0	56,7	62,4
58,2	57,2	67,2	64,1	61,4	63,9
Média: 62,0	Média: 60,2	Média: 66,8	Média: 64,0	Média: 57,2	Média: 63,3
Desvio padrão: 2,4	Desvio padrão: 1,7	Desvio padrão: 2,6	Desvio padrão: 1,8	Desvio padrão: 2,6	Desvio padrão: 2,6

Microestruturas de amostras

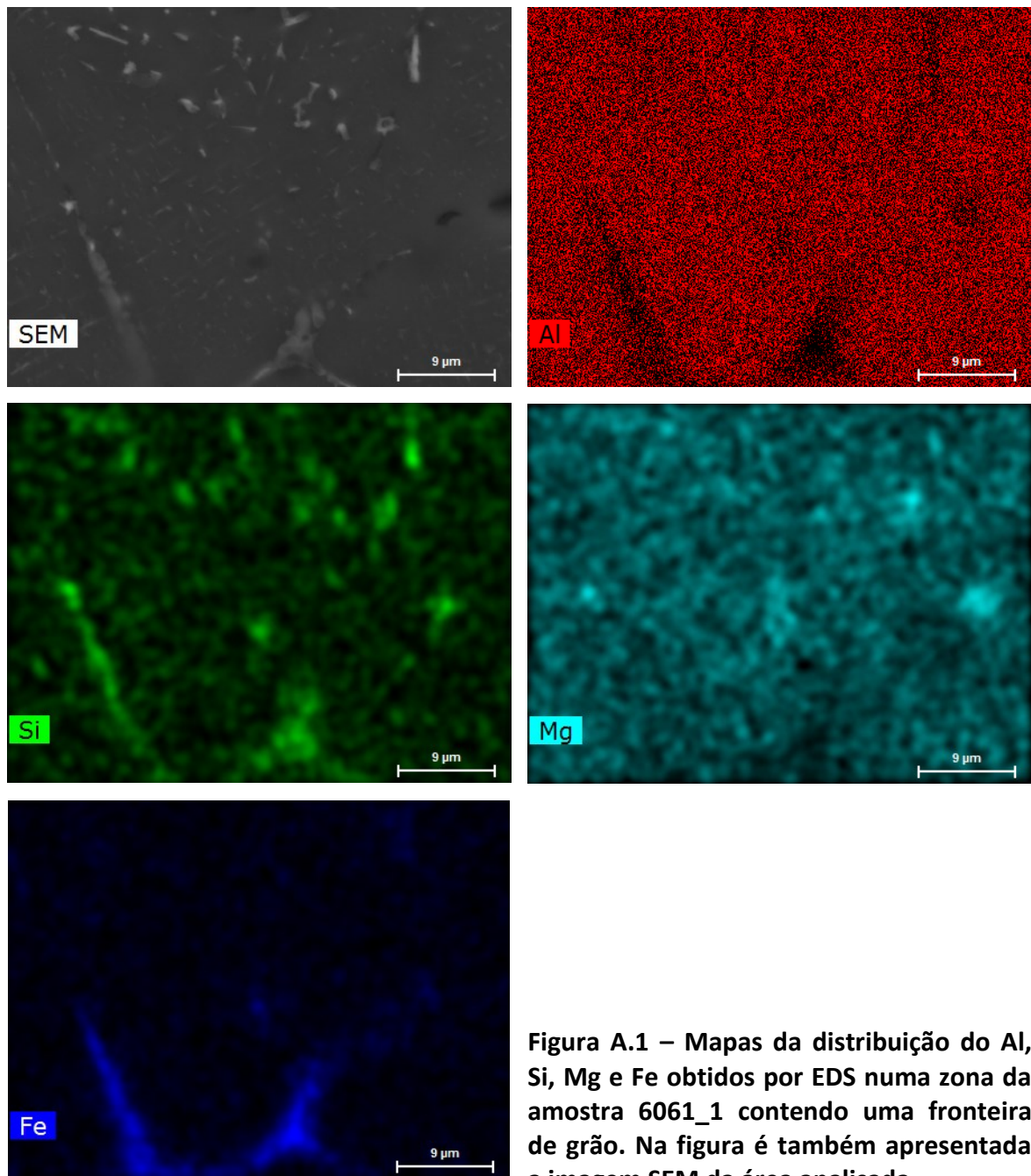


Figura A.1 – Mapas da distribuição do Al, Si, Mg e Fe obtidos por EDS numa zona da amostra 6061_1 contendo uma fronteira de grão. Na figura é também apresentada a imagem SEM da área analisada.